ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53750— 2009

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение наличия жиров немолочного происхождения

Издание официальное

БЗ 1—2010/1037

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИМИ» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1237-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 2
6 Отбор проб 3
7 Порядок подготовки к проведению измерений 3
8 Условия проведения измерений 4
9 Проведение измерений 4
10 Обработка результатов измерений 4
11 Требования, обеспечивающие безопасность 4
Приложение А (обязательное) Формы кристаллов стеринов сравнительных образцов 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение наличия жиров немолочного происхождения

Milk and milk products.
Determination of non-milk fats

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты (далее — продукт) и устанавливает метод определения наличия жиров немолочного происхождения путем сравнения формы кристаллов стеринов в жировой фракции продукта микроскопическим методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3622—68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 6672—75 Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13928—84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], а также термин с соответствующим определением:

3.1 **микроскопические методы:** Методы, основанные на исследовании различных объектов с помощью микроскопа.

4 Сущность метода

Метод основан на сравнении формы кристаллов стеринов в жировой фракции анализируемого продукта со сравнительным образцом.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Микроскоп световой биологический, обеспечивающий увеличение 200$^{\times}$ по нормативной документации.

Стекла предметные по ГОСТ 9284.

Стекла покровные по ГОСТ 6672.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,02 г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (60 ± 2) °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (80 ± 5) °С.

Термометр лабораторный нертутный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа Б по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Устройство перемешивающее лабораторное.

Миксер.

Колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-100-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-50, В-1-200 по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80, В-75-110 по ГОСТ 25336.

Бутыли пластиковые или стеклянные вместимостью 500 см^3 с завинчивающимися крышками.

Бумага фильтровальная лабораторная диаметром 15 см, обезжиренная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные.

Щипцы металлические.

Терка мелкая.

Холодильник бытовой электрический любого типа, обеспечивающий поддержание температуры в холодильной камере (4 ± 2) °С.

Центрифуга со скоростью вращения не менее 5000 об/мин.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Пентан ч. д. а. с массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Хлороформ, х. ч с содержанием основного вещества не менее 90 %.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165 х. ч., раствор с массовой концентрацией 70 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 3622, ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

В случае, если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их рекомендуется хранить не более 10 сут в холодильнике при температуре не выше (4 ± 2) °С.

7 Порядок подготовки к проведению измерений

7.1 Подготовка пробы продукта

Для выделения жира отбирают пробу продукта, которая должна обеспечить выделение из нее не менее 30 г молочного жира.

7.1.1 Сырое молоко и сырые сливки, питьевое молоко и питьевые сливки

Пробу помещают в центрифужные пробирки или стаканы и центрифугируют при 5000 об/мин в течение 30 мин.

При этом продукт разделяется на два слоя: верхний — жировой, содержащий почти весь жир, и нижний — белковый. Центрифужные емкости с расслоившимся продуктом охлаждают до температуры (4± 2) °С для перевода жира в твердое состояние. Верхний твердый слой жира осторожно переносят в чистый стакан вместимостью 50 см^3, помещают в термостат при температуре (50 ± 2) °С и выдерживают до прозрачного состояния. Затем жир фильтруют через сухой складчатый фильтр. Жир должен быть прозрачным.

7.1.2 Сухие молочные продукты

В стакан вместимостью 200 см^3 взвешивают (100,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 100 см^3 дистиллированной воды температурой (40 ± 2) °С. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой до однородной консистенции и оставляют на 10—15 мин для набухания белков. Далее вносят безводный сульфат натрия и размельчают с помощью миксера до тех пор, пока не образуется зернистая масса.

7.1.3 Концентрированное молоко, сгущенное молоко и мороженое

В стакан вместимостью 200 см^3 взвешивают (100,0 ± 0,1) г продукта. Мороженое предварительно освобождают от глазури и других отделяемых компонентов. В пробу продукта добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, нагревают смесь на водяной бане до температуры 75 °С, добавляют 15 см^3 раствора сульфата меди (II) и продолжают нагревать до получения сгустка, который фильтруют через фильтровальную бумагу, промывают его теплой водой до обесцвечивания фильтрата. Осторожно сливают осадок, перемешивают его с безводным сульфатом натрия до получения зернистой массы.

7.1.4 Жиры, масло и пасты масляные

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (50,0 ± 0,1) г продукта и выдерживают в термостате при температуре (50 ± 2) °С до разделения продукта на жир и воду. Отделяют верхнюю жировую фракцию при температуре не более 40 °С, аккуратно перелив ее в другой стакан, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу так, чтобы вода не попадала на фильтр.

7.1.5 Сметана и продукты на ее основе

В пластиковую или стеклянную бутыль вместимостью 500 см^3 помещают пробу продукта, центрифугируют при 5000 об/мин в течение 30 мин. При этом продукт разделяется на два слоя: верхний — жи-

ровой, содержащий почти весь жир, и нижний — белковый. Центрифужные емкости с расслоившимся продуктом нагревают до температуры (50 ± 2) °С. Отделяют верхнюю жировую фракцию при температуре не более 40 °С, аккуратно перелив ее в другой стакан, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу так, чтобы вода не попадала на фильтр.

7.1.6 Творог и творожные продукты

В пластиковую или стеклянную бутыль вместимостью 500 см³ помещают (200,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 300 см³ смеси хлороформа и этанола в соотношении 2:1 (по объему). Бутыль закрывают крышкой, закрепляют на лабораторном перемешивающем устройстве и перемешивают в течение 0,5—1,0 ч.

Полученный экстракт фильтруют в стакан вместимостью 200 см³ через сухой складчатый фильтр. Для отделения жировой фракции стакан помещают на 1 ч на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре (50 ± 2) °С.

7.1.7 Сыр и сырные продукты

Пробу продукта измельчают в ступке с раствором безводного сульфата натрия до получения зернистой массы.

7.1.8 Из пробы продукта, подготовленной по 7.1.1—7.1.7, пентаном экстрагируют жир. Пентан удаляют выпариванием на водяной бане при температуре (75 ± 2) °С до получения прозрачного жира. Не допускают выплескиваний и кипения.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 + 2) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;

атмосферное давление . . . . . от 84 до 106 кПа.

9 Проведение измерений

Выделенный из продукта и подготовленный по 7.1.1—7.1.8 жир растворяют в 10 см³ этилового спирта (80 %-го). На тонкое покровное стекло помещают одну каплю полученного раствора и равномерно распределяют на поверхности. Выдерживают до момента кристаллизации по краям покровного стекла, затем стекло переворачивают и кладут на предметное стекло. По мере кристаллизации пробу рассматривают под микроскопом при линейном увеличении в 200 раз. Формы кристаллов стеринов оценивают визуально, сравнивая их со сравнительным образцом.

Формы сравнительных образцов представлены в приложении А.

10 Обработка результатов измерений

Если при визуальном осмотре под микроскопом кристаллы стеринов имеют форму параллелограмма с тупым углом 100° (приложение А), что характерно для холестерина (cholesterol), то считают, что исследуемая проба не содержит растительный жир.

Если при визуальном осмотре под микроскопом хотя бы отдельные кристаллы стеринов имеют удлиненную шестиугольную форму с вершиной 108° (приложение А), характерную для растительных стеринов (phytosterol), или кристаллы имеют перевернутый угол («ласточкин хвост») (приложение А), типичный для смеси холестерина и растительных жиров, то считают, что исследуемая проба содержит растительный жир.

11 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;

- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

Приложение А
(обязательное)

Формы кристаллов стеринов сравнительных образцов

А.1 Формы кристаллов стеринов приведены на рисунке А.1.

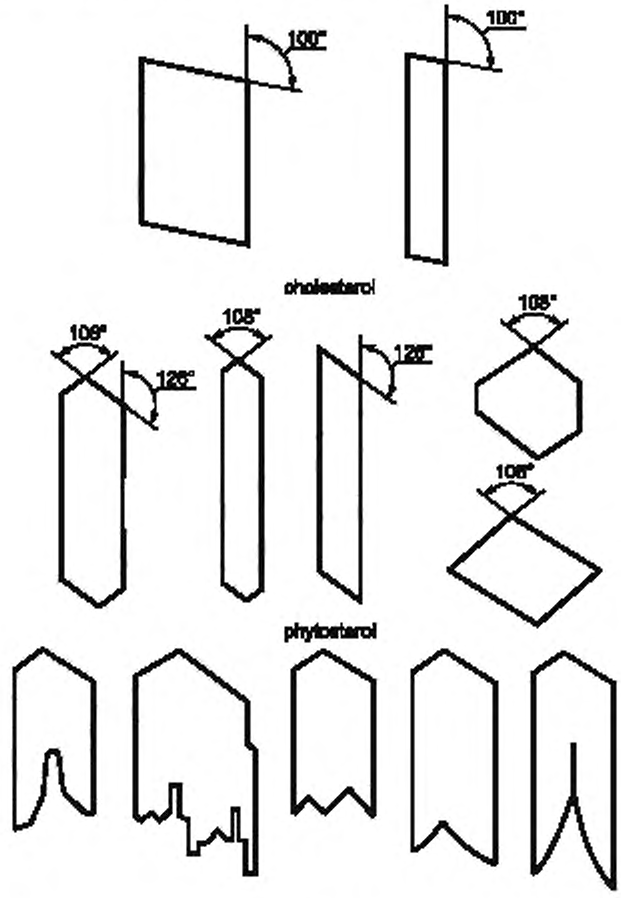


Рисунок А.1

Библиография

[1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, жир немолочного происхождения, кристаллы стеринов, микроскопический метод, сравнительные образцы

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.05.2010. Подписано в печать 08.06.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 361 экз. Зак. 475.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru