ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53951— 2010

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ, МОЛОЧНЫЕ СОСТАВНЫЕ И МОЛОКОСОДЕРЖАЩИЕ

Определение массовой доли белка методом Кьельдаля

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом 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 24 ноября 2010 г. № 502-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, 2011

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 Подготовка к проведению измерений . . . 3
8 Условия проведения измерений . . . 5
9 Проведение измерений . . . 5
10 Обработка результатов измерений . . . 6
11 Контроль точности результатов измерений . . . 7
12 Оформление результатов . . . 8
13 Требования, обеспечивающие безопасность . . . 8
Приложение А (обязательное) Схема прибора для отгонки аммиака методом Кьельдаля . . . 9
Библиография . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ, МОЛОЧНЫЕ СОСТАВНЫЕ И МОЛОКОСОДЕРЖАЩИЕ

Определение массовой доли белка методом Кьельдаля

Milk and milk-containing products.
Determination of mass fraction of protein by Kjeldahl method

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты: творог и творожные продукты, сметану и продукты на ее основе, консервы молочные и молокосодержащие сухие, консервы молочные и молокосодержащие сгущенные, молочную сыворотку и продукты на ее основе (далее по тексту — продукты) и устанавливает метод определения массовой доли белка по Кьельдалю.

Диапазоны измерений массовой доли белка от 0,10 % до 100,00 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

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 12.4.009—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 Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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 испытаниям

Издание официальное

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
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
ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 применены термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1].

4 Сущность метода

Метод основан на минерализации органического вещества анализируемой пробы продукта концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сернокислого аммония, переведении его в аммиак, отгонке последнего в раствор борной кислоты, количественном учете аммиака титриметрическим методом и расчете массовой доли белка в анализируемой пробе.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г и ± 0,01 г.

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

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Плитка электрическая мощностью 1000 Вт по ГОСТ 14919; электронагреватели или газовые горелки, позволяющие поддерживать температуру от 450 °С до 500 °С с допустимой погрешностью ± 25 °С.

Гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей 1000—10000 мин$^{-1}$, включающий емкость вместимостью 1,0 дм^3.

Баня водяная термостатируемая, позволяющая поддерживать температуру от 0 °С до 100 °С с допустимой погрешностью ± 2 °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 50 °С до 150 °С с допустимой погрешностью ± 2 °С.

Колбы мерные 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 или 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-25-1, 1-50-1, 1-100-1, 1-1000-1, или 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-1000-2, или 3-25-1, 3-50-1, 3-100-1, 3-1000-1, или 3-25-2, 3-50-2, 3-100-2, 3-1000-2 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1-1-2-25-0,1 или 1-2-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Холодильник по ГОСТ 25336 шариковый или с прямой трубкой исполнений 1, 2, 3, длиной кожуха 400 мм.

Бачок-парообразователь или колба из термостойкого стекла вместимостью 2000 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы Кьельдаля 2-250-ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки из кварцевого стекла.

Каплеуловитель исполнения КО-60 по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания типа СВ (бюксы) диаметром 20 или 25 мм по ГОСТ 25336.

Колбы конические исполнения 2, вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные с притертыми пробками вместимостью 250 и 500 см^3 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки В-25-38 ХС, В-36-50 ХС, В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Стакан фарфоровый вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 9147.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Шпатель металлический (фарфоровый) или ложка.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204 плотностью 1830—1840 кг/м^3, х. ч.

Кислота соляная, стандарт-титр по [2], водный раствор молярной концентрации c (HCl) = = 0,1 моль/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.

Водорода перекись 30 %-ная.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Метиловый красный, ч. д. а.

Метиленовый голубой, ч. д. а.

Бромкрезоловый зеленый, ч. д. а.

Сахароза по ГОСТ 5833, содержащая не более 0,002 % азота.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

L-триптофан по [3] или лизин моногидрохлорид по [4].

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 3622 и ГОСТ 26809.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление смешанного катализатора

В фарфоровой ступке смешивают одну весовую часть сернокислой меди и 30 весовых частей сернокислого калия, тщательно растирают пестиком и перемешивают до получения мелкозернистого порошка.

Срок хранения смешанного катализатора — не более 1 мес.

7.1.2 Приготовление водного раствора соляной кислоты молярной концентрацией *c* (HC1) = = 0,1 моль/дм^3

Используют стандарт-титр соляной кислоты. Водный раствор готовят в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Срок хранения раствора в темной посуде — не более 1 мес.

7.1.3 Приготовление водного раствора борной кислоты массовой концентрацией *c* = = 40 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (40,000 ± 0,005) г борной кислоты и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды температурой (45 ± 5) °С. После охлаждения раствора до температуры (20 ± 5) °С объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 14 дней.

7.1.4 Приготовление смешанного индикатора

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,200 ± 0,001) г метилового красного и (0,100 ± 0,001) г метиленового голубого или (0,100 ± 0,001) г бромкрезолового зеленого, растворяют в небольшом количестве этилового спирта. Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Срок хранения смешанного индикатора в плотно укупоренной темной посуде — не более 10 дней.

7.1.5 Приготовление водного раствора гидроокиси натрия массовой концентрацией *c* = = 400 г/дм^3

В фарфоровый стакан помещают (400,000 ± 0,005) г гидроокиси натрия, растворяют в 700 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения гидроокиси натрия и охлаждают до комнатной температуры.

Срок хранения раствора — не более 14 сут.

7.1.6 Подготовка сернокислого аммония

Перед использованием сернокислый аммоний высушивают при (102 ± 2) °С не менее 2 ч.

7.2 Подготовка прибора для отгонки аммиака

Прибор для отгонки аммиака собирают в соответствии с рисунком, приведенным в приложении А.

В бачок-парообразователь *1* через воронку *2* наливают дистиллированную воду (примерно 2/3 объема) и открывают кран *3* и зажим *4*. Нагревают воду в бачке на газовой горелке или электрической плитке *11*. Присоединяют пустую колбу Кьельдаля *10* к каплеуловителю *7* и воронке для гидроокиси *5* и после того, как вода в бачке закипит, закрывают кран *3*. Включают холодильник *8*, подставляют под него пустую коническую колбу *9* и прибор «пропаривают» 5—10 мин.

7.3 Подготовка пробы анализируемого продукта

7.3.1 Подготовка проб проводится по ГОСТ 26809.

7.3.2 Пробу продукта без добавок или пробу продукта, содержащего ароматизаторы, пищевкусовые добавки (например, кофе, какао и т. д.), образующие с продуктом однородную структуру, а также неотделяемые пищевкусовые компоненты (например, с кокосовой стружкой), полностью освобождают от упаковки, помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и нагревают на водяной бане до температуры (32 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем до получения однородной смеси, не допуская разжижения продукта и стараясь не касаться стенок стакана, тем самым освобождаясь от воздушных пузырьков в смеси.

7.3.3 Пробу продукта, содержащего фруктовые (овощные и др.) наполнители, полностью освобождают от упаковки, нагревают на водяной бане до температуры (32 ± 2) °С, после чего полностью переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы. Подготовленную пробу переносят в колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Пробу для анализа отбирают сразу же после гомогенизации во избежание ее расслоения.

7.3.4 Пробу продукта с отделяемыми пищевкусовыми компонентами и декорированными (орехи, фруктовые наполнители в виде кусочков, печенье, вафли в виде декора, глазурь, начинки и другие отделяемые компоненты) полностью освобождают от этих компонентов и далее подготавливают по 7.3.2.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:
температура окружающего воздуха . . . . . (22 ± 2) °С,
относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;
атмосферное давление . . . . . (90 ± 15) кПа;
частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

9 Проведение измерений

9.1 При измерении массовой доли белка масса сухих веществ в анализируемой пробе должна быть не более 0,15 г.

В стаканчик с крышкой и вложенной в него стеклянной палочкой, не выступающей за его края, взвешивают:

- 0,70—0,75 г творога массовой долей жира от 0,10 % до 5,0 % с записью результата до четвертого знака после запятой;
- 0,45—0,70 г творога массовой долей жира 6,0 %—9,0 % с записью результата до четвертого знака после запятой;
- 0,40—0,45 г творога массовой долей жира выше 9 % с записью результата до четвертого знака после запятой;
- 0,20—0,30 г творожных продуктов (в том числе пастообразных), сметаны и продуктов на ее основе с записью результата до четвертого знака после запятой;
- 0,30—0,40 г сгущенного молока с записью результата до четвертого знака после запятой.

С помощью палочки переносят продукт в колбу Кьельдаля, а пустой стаканчик (без продукта) с крышкой и палочкой вновь взвешивают и по разнице устанавливают массу анализируемой пробы продукта.

В сухой пробирке, свободно входящей в горло колбы Кьельдаля, взвешивают 0,10—0,15 г сухих продуктов (в том числе молочной сыворотки) с записью результатов до четвертого знака после запятой. Содержимое пробирки осторожно переносят в колбу Кьельдаля. Пустую пробирку вновь взвешивают и по разнице между первым и вторым взвешиваниями определяют массу анализируемой пробы.

В стаканчик для взвешивания или стеклянную бюксу с крышкой взвешивают 1,00—1,50 г жидкого продукта с записью результата до четвертого знака после запятой. Продукт из стаканчика (бюксы) осторожно переливают в колбу Кьельдаля. Пустой стаканчик (бюксу) с крышкой вновь взвешивают и по разнице устанавливают массу анализируемой пробы.

В колбу Кьельдаля также добавляют 1,50—2,00 г смешанного катализатора и затем осторожно приливают 10 см^3 концентрированной серной кислоты и 10 см^3 30 %-ного раствора перекиси водорода. Колбу прикрывают насадкой или стеклянной воронкой и приступают к нагреванию в наклонном положении под углом 45° при температуре 450 °С—500°.

Необходимо следить, чтобы жидкость в колбе непрерывно кипела и на стенках колбы не оставалось черных несгоревших частиц, смывая их легкими круговыми движениями.

При наличии черных частиц на горловине колбы, если они не захватываются конденсатом паров кислоты в период кипения или кислотой при перемешивании содержимого колбы, следует хорошо охладить колбу, смыть эти частицы в колбу небольшим количеством воды, затем продолжить сжигание.

После того как жидкость в колбе обесцветится (допускается слегка зеленоватый оттенок), нагрев продолжают еще в течение 30 мин. Дают колбе остыть до температуры (20 ± 5) °С, к содержимому приливают, обмывая стенки колбы, от 20 см^3 до 30 см^3 дистиллированной воды и приступают к отгонке аммиака.

Если при минерализации смесь долго остается темной или затвердевает при охлаждении, вероятно, происходит неполное сжигание. В таких случаях проводят дополнительное сжигание.

9.2 После подготовки прибора по 7.2 открывают краны *3* и *6* и закрывают зажим *4* (см. рисунок приложения А). Под холодильник подставляют вместо пустой колбы колбу с 25 см^3 борной кислоты и четырьмя каплями смешанного индикатора так, чтобы кончик холодильника был погружен в раствор. Вместо пустой колбы Кьельдаля присоединяют колбу с минерализованной пробой.

Закрывают кран *6*, наливают в воронку 20 см^3 раствора гидроокиси натрия и, открывая понемногу кран *6* при осторожном покачивании колбы Кьельдаля, вливают гидроокись натрия. Открывая зажим *4*, закрывают краны *3* и *6*. В холодильнике пары раствора аммиака конденсируются и попадают в колбу с

раствором борной кислоты. Перегонку продолжают 10 мин, считая с того момента, когда борная кислота в приемной колбе приобретет зеленое окрашивание. После окончания отгонки конец трубки холодильника вынимают из борной кислоты, ополаскивают дистиллированной водой и продолжают процесс перегонки еще 2 мин. Затем открывают краны *3* и *6*, закрывают зажим *4*.

9.3 Содержимое приемной колбы титруют водным раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 до перехода окраски индикатора от зеленого до слабого серо-фиолетового окрашивания.

9.4 Пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (подраздел 3.14) и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

9.5 Для внесения соответствующей поправки на реактивы в результат измерения проводят определение массовой доли азота в контрольной пробе, используя вместо анализируемого продукта 1 см^3 дистиллированной воды и (0,100 + 0,001) г сахарозы. Определение массовой доли азота в контрольной пробе проводят по трем параллельным определениям. За окончательный результат определения поправки на реактивы принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений.

Контрольную пробу проводят при замене хотя бы одного из реактивов.

9.6 Точность метода в зависимости от результатов анализа периодически подтверждают контрольными измерениями.

Для подтверждения полноты освобождения всего азота при сжигании и перегонке проводят минерализацию смеси, состоящей из 1 см^3 воды, 0,0800 г L-триптофана или 0,0600 г лизина моногидрохлорида. Далее измерение проводят по 9.1—9.3.

Для подтверждения полноты перегонки проводят перегонку смеси, состоящей из 10 см^3 раствора сернокислого аммония молярной концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3 и 20 см^3 дистиллированной воды. Далее измерение проводят по 9.2—9.3.

При подтверждении точности метода проводят три параллельных определения.

10 Обработка результатов измерений

Массовую долю белка X, %, в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot n \cdot 14{,}0067 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где V — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте по 9.5, см^3;

n — фактическая молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм^3, в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1;

14,0067 — масса азота, эквивалентная 1 дм^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией c (HCl) = 1 моль/дм^3, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли общего азота на массовую долю общего белка;

100 — коэффициент пересчета результатов, %;

m — масса анализируемой пробы по 9.1, г;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3.

Коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю белка (K) для молочных продуктов составляет 6,38, для молокосодержащих продуктов — 6,25, для молочной сыворотки — 6,28.

Коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю белка в продукте с наполнителями (компонентами) вычисляют по формуле

$$K = \frac{K_1 Б_1 M_1 + K_2 Б_2 M_2 + K_3 Б_3 M_3 + \ldots}{Б_1 M_1 + Б_2 M_2 + Б_3 M_3 + \ldots}, \quad (2)$$

где K_1, K_2, K_3,... — коэффициенты пересчета массовой доли азота на массовую долю общего белка для данного наполнителя (компонента);

$Б_1$, $Б_2$, $Б_3$... — массовая доля белка в данном наполнителе (компоненте), %;

M_1, M_2, M_3... — массовая доля данного наполнителя (компонента) в конкретном продукте в соответствии с документом, по которому изготовлен продукт, %.

Значения коэффициентов пересчета и массовой доли белка для различных наполнителей (компонентов) приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование наполнителя (компонента)	Коэффициент пересчета K	Массовая доля белка, %
Творог (массовая доля жира от 0,1 % до 5,0 %)	6,38	18,0
Творог (массовая доля жира 18,0 %)	6,38	16,0
Отруби	6,31	14,1
Рис	5,95	7,4
Ячмень	5,83	11,5
Овес	5,83	10,1
Рожь	5,83	9,9
Орехи:		
Арахис	5,41	29,2
Миндаль	5,18	18,6
Фундук	5,30	16,1
Все другие орехи	5,30	—
Желатин	5,55	87,2
Другие наполнители (компоненты)	6,25	—

За окончательный результат определения массовой доли белка в продукте принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли белка при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование продукта	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
Творог	0,26	0,50	0,35
Творожные продукты	0,40	0,78	0,55
Сметана и продукты на ее основе	0,06	0,1	0,07
Консервы молочные сухие	0,38	0,60	0,42
Консервы молочные сгущенные	0,20	0,35	0,25
Молочная сыворотка (жидкая) и продукты на ее основе	0,04	0,07	0,05
Молочная сыворотка (сухая) и продукты на ее основе	0,24	0,42	0,30

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли белка, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений массовой доли белка, полученные в условиях повторяемости;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 2.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные определения и проверку приемлемости результатов определений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли белка, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1' - X_2'| \le R,$$

где X_1', X_2' — значения двух параллельных измерений массовой доли белка, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 2.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

12 Оформление результатов

Окончательный результат измерений X, %, при $P = 0,95$ выражают в виде

$$X = X_{ср} \pm \Delta,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — границы абсолютной погрешности, %, значения которых приведены в таблице 2.

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

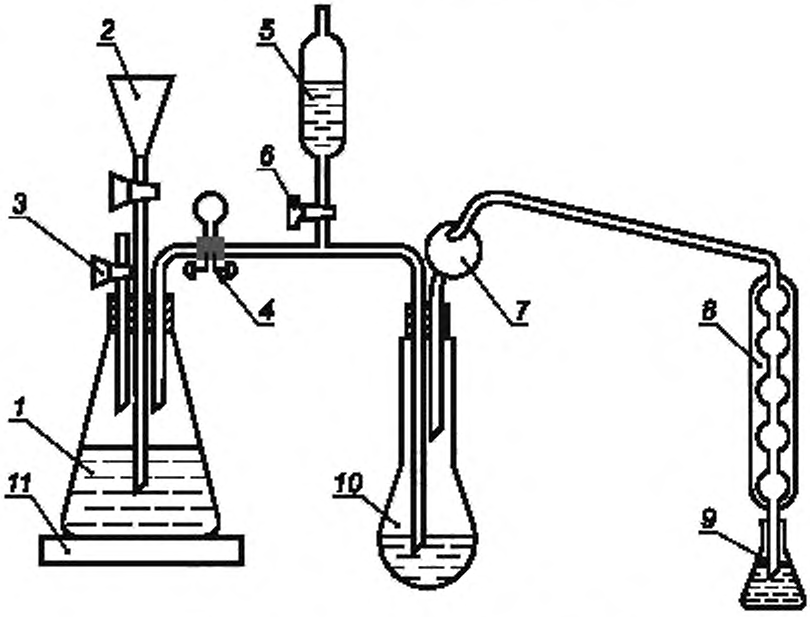
- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ Р 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)

Схема прибора для отгонки аммиака методом Кьельдаля

А.1 Схема прибора для отгонки аммиака методом Кьельдаля приведена на рисунке А.1.



1 — бачок-парообразователь (или колба из термостойкого стекла вместимостью 2000 см^3); *2* — воронка; *3* — кран; *4* — зажим; *5* — воронка для гидроокиси; *6* — кран, *7* — каплеуловитель; *8* — холодильник; *9* — коническая колба вместимостью 250 см^3, *10* — колба Кьельдаля; *11* — плитка электрическая

Рисунок А.1

Библиография

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

[2] ТУ 2642-001-338132—73 Кислота соляная. Стандарт-титр 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

[3] ТУ 6-09-4080—78 L-триптофан (L альфа-амино-бета(3-индолил)-пропионовая кислота), х. ч. и ч.

[4] ТУ 6-09-4077—79 DL-лизин моногидрохлорид, х. ч. и ч.

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКП 92 2000

Ключевые слова: продукты молочные, молочные составные, молокосодержащие, творог, творожные продукты, сухое цельное молоко, сухое обезжиренное молоко, сгущенное молоко, молочная сыворотка, метод Кьельдаля, общий азот, массовая доля белка, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Д.В. Рябинчева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.07.2011. Подписано в печать 26.07.2011. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усп. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 321 экз. Зак. 673.

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