МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31506— 2012

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение наличия жиров немолочного происхождения

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 мая 2012 г. № 41)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 ноября 2012 г. № 918-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31506—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53750—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2014

В Российской Федерации 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

Поправка к ГОСТ 31506—2012 Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 7 2015 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение наличия жиров немолочного происхождения

Milk and milk products.
Determination of non-milk fats

Дата введения — 2013—07—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 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

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

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 ежегодному информационному указателю, который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 применен следующий 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, реактивы и материалы

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

Стекла предметные по ГОСТ 9284.

Стекла покровные по ГОСТ 6672.

Весы по ГОСТ 24104 с пределом 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 по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный типа Б по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, 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 нормативным документам государства, принявшего стандарт.

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

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

Натрий сернокислый, х. ч., по ГОСТ 4166.

Медь (II) сернокислая 5-водная, х. ч., по ГОСТ 4165, раствор массовой концентрации 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 с дополнением.

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 — жировой, содержащий почти весь жир, и нижний — белковый. Центрифужные емкости с расслоившимся продуктом нагревают до температуры (50 ± 2) °С. Отделяют верхнюю жировую фракцию при температу-

ре 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 см^3 помещают (200,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 300 см^3 смеси хлороформа и этилового спирта 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 см^3 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 проведении измерений в лаборатории необходимо соблюдать 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 см^3 этилового спирта (80 %-ного). 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 кристаллов стеринов сравнительных образцов приведены в приложении А.

10 Обработка результатов измерений

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

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

11 Требования безопасности

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами — в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками — в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

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

Приложение А
(обязательное)

Формы кристаллов стеринов сравнительных образцов

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

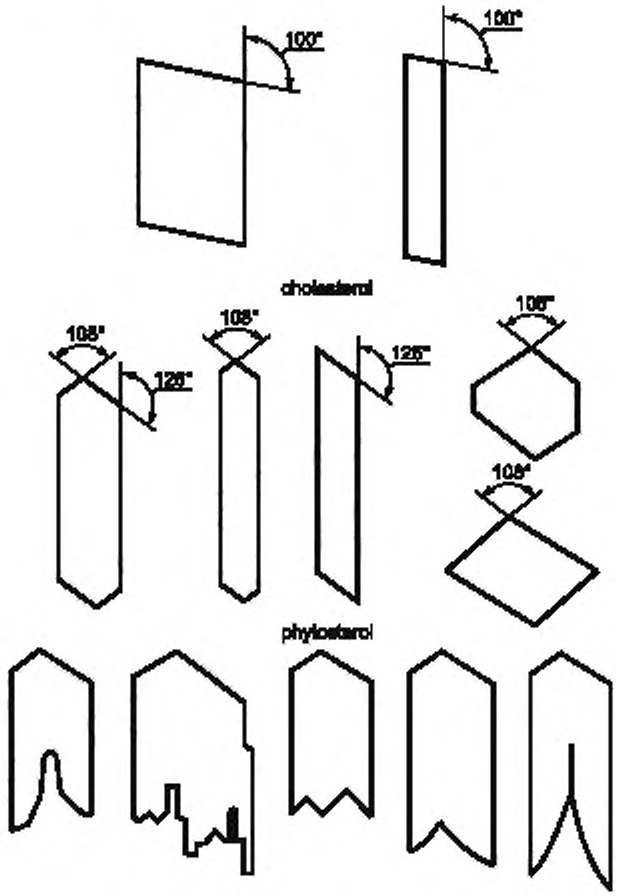


Рисунок А.1

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 МКС 67.100.10 Н19

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, жир немолочного происхождения, термины и определения, качественный микроскопический метод, формы кристаллов стеринов, сравнительные образцы, обработка результатов, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.06.2014. Подписано в печать 11.07.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 148 экз. Зак. 2564.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru nfo@gostinfo.ru

Изменение № 1 ГОСТ 31506—2012 Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 81-П от 27.10.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11528 от 02.11.2015

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Дополнить ссылками:

«ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24363—88 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»;

ссылку на ГОСТ 26809—86 изложить в новой редакции:

«ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты»;

ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009»;

примечание изложить в новой редакции:

«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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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».

Раздел 5. Четвертый и пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (50 ± 2) °С»;

шестой абзац после слов «(80 ± 5) °С» дополнить словами: «и (102 ± 2) °С»;

пятнадцатый абзац после слов «Цилиндры» дополнить словами: «1-25-2, 1-50-2,»;

девятнадцатый абзац после слов «ГОСТ 12026» дополнить словами: «ФБ-II, ФС-II»;

двадцать пятый абзац изложить в новой редакции:

«Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962, высшей очистки»;

дополнить абзацами:

«Баня глицериновая, обеспечивающая поддержание температуры до 150 °С с точностью до 1,0 °С.

Пипетка 1-1-2-5 по ГОСТ 29227.

Колба Кн-1-25-14/23, Кн-1-50-24/29, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом (Бунзена) 2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 3 ГОСТ 9147.

Воронка ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—05—01.

Воронка ВФ-3-100, с диаметром пор 80 мкм, ХС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, ч.д.а.

Дигитонин, содержание основного вещества не менее 90 %, по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч., раствор с массовой долей 40 %.

Эфир диэтиловый, ч.д.а., по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт».

Раздел 7 дополнить подразделами 7.2, 7.3:

«**7.2 Приготовление раствора калия гидроокиси с массовой долей 40 %**

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (40,000 ± 0,005) г калия гидроокиси, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3 Приготовление спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,000 ± 0,005) г дигитонина и растворяют в небольшом количестве этилового ректификованного спирта. Объем раствора доводят этиловым ректификованным спиртом до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.».

Раздел 9 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«9.1 В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают от 100 мг до 15 г жира, выделенного в соответствии с требованиями раздела 7, добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 % и 20 см^3 этилового спирта.

Присоединяют к колбе воздушный холодильник и нагревают смесь на водяной бане до получения прозрачного раствора. Затем продолжают нагревание еще 30 мин или 1 ч.

9.2 Добавляют 60 см^3 дистиллированной воды, затем 180 см^3 этилового спирта, нагревают смесь на водяной бане до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм^3, перемешивают вращательными движениями и охлаждают при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.3 Собирают выделившийся дигитонин стерина, пропуская полученный раствор через фильтрующую воронку с диаметром пор 80 мкм и фильтровальную бумагу.

Промывают осадок на фильтре водой температурой 5 °С до прекращения пенообразования, затем промывают последовательно с 25—50 см^3 этилового спирта и с 25—50 см^3 диэтилового эфира.

9.4 Полученный осадок вместе с фильтровальной бумагой помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 10—15 мин. Сухой остаток на фильтре является дигитонином стерина.

9.5 В коническую колбу вместимостью 25 см^3 помещают (100 ± 5) мг дигитонина стерина, добавляют 1 см^3 уксусного ангидрида, нагревают на глицериновой бане при температуре 130 °С — 145 °С до растворения дигитонина, после чего нагревание продолжают еще 2 мин. Затем раствор охлаждают до 80 °С.

Не используют прямой нагрев раствора, так как возможно разбрызгивание.

9.6 К охлажденному до 80 °С раствору (9.5) добавляют 4 см^3 этилового спирта, перемешивают, слегка нагревают для растворения стерил ацетата, который может кристаллизоваться.

9.7 Теплый раствор фильтруют через бумажный фильтр средней фильтрации, промывая этиловым спиртом. Полученный фильтрат постепенно нагревают до слабого кипения. В кипящий раствор аккуратно по каплям из пипетки с одновременным энергичным встряхиванием добавляют 1,0—1,5 см^3 дистиллированной воды до такого состояния, пока стерил ацетат не начнет выпадать в осадок, но при этом еще возвращаясь в раствор (до насыщенного раствора). В образующийся осадок стерил ацетата добавляют несколько капель этилового спирта. Охлаждают на воздухе 2 ч и затем окончательно в холодной воде 30 мин.

9.8 Выделившийся стерил ацетат фильтруют через фильтровальную бумагу высокой фильтрации, применяя фильтрующее устройство (колба Бунзена и воронка Бюхнера) с водоструйным насосом, и промывают кристаллы 1 см^3 этилового спирта (80 % об.).

9.9 Выделившиеся кристаллы для повторного растворения нагревают с 1 см^3 этилового спирта. Охлаждают 15 мин на воздухе, затем 5 мин в холодной воде. Выкристаллизовавшийся стерил ацетат фильтруют по 9.8.

9.10 При необходимости (для лучшей очистки) рекристаллизацию и фильтрацию повторяют 3—4 раза.

9.11 В коническую колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 10 мг стерил ацетата, добавляют 1 $см^3$ этилового спирта, аккуратно перемешивают и добавляют 1—2 капли раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 %.

9.12 Раствор нагревают на кипящей водяной бане до начала закипания и растворения стерил ацетата.

9.13 Добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ диэтилового эфира и встряхивают. После разделения смеси водный слой удаляют.

9.14 Оставшийся слой промывают тремя порциями по 5 $см^3$ дистиллированной воды. Затем переносят в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и выпаривают насухо.

9.15 Остаток растворяют в 10 $см^3$ этанола (80 % об.). Каплю раствора помещают на предметное стекло для микроскопии, равномерно распределяя ее по поверхности, закрывают покровным стеклом, выдерживают до начала кристаллообразования по краям предметного стекла, переворачивают и смотрят под микроскопом по мере кристаллизации при линейном увеличении в 200 раз. Формы кристаллов стеринов оценивают визуально, сравнивая их со сравнительным образцом.

Формы сравнительных образцов представлены в приложении А».

(ИУС № 3 2016 г.)

Изменение № 1 ГОСТ 31506—2012 Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 81-П от 27.10.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11528 от 02.11.2015

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Дополнить ссылками:

«ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24363—88 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»;

ссылку на ГОСТ 26809—86 изложить в новой редакции:

«ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты»;

ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009»;

примечание изложить в новой редакции:

«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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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».

Раздел 5. Четвертый и пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (50 ± 2) °С»;

шестой абзац после слов «(80 ± 5) °С» дополнить словами: «и (102 ± 2) °С»;

пятнадцатый абзац после слов «Цилиндры» дополнить словами: «1-25-2, 1-50-2,»;

девятнадцатый абзац после слов «ГОСТ 12026» дополнить словами: «ФБ-II, ФС-II»;

двадцать пятый абзац изложить в новой редакции:

«Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962, высшей очистки»;

дополнить абзацами:

«Баня глицериновая, обеспечивающая поддержание температуры до 150 °С с точностью до 1,0 °С.

Пипетка 1-1-2-5 по ГОСТ 29227.

Колба Кн-1-25-14/23, Кн-1-50-24/29, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом (Бунзена) 2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 3 ГОСТ 9147.

Воронка ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—05—01.

Воронка ВФ-3-100, с диаметром пор 80 мкм, ХС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, ч.д.а.

Дигитонин, содержание основного вещества не менее 90 %, по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч., раствор с массовой долей 40 %.

Эфир диэтиловый, ч.д.а., по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт».

Раздел 7 дополнить подразделами 7.2, 7.3:

«**7.2 Приготовление раствора калия гидроокиси с массовой долей 40 %**

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (40,000 ± 0,005) г калия гидроокиси, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3 Приготовление спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,000 ± 0,005) г дигитонина и растворяют в небольшом количестве этилового ректификованного спирта. Объем раствора доводят этиловым ректификованным спиртом до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.».

Раздел 9 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«9.1 В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают от 100 мг до 15 г жира, выделенного в соответствии с требованиями раздела 7, добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 % и 20 см^3 этилового спирта.

Присоединяют к колбе воздушный холодильник и нагревают смесь на водяной бане до получения прозрачного раствора. Затем продолжают нагревание еще 30 мин или 1 ч.

9.2 Добавляют 60 см^3 дистиллированной воды, затем 180 см^3 этилового спирта, нагревают смесь на водяной бане до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм^3, перемешивают вращательными движениями и охлаждают при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.3 Собирают выделившийся дигитонин стерина, пропуская полученный раствор через фильтрующую воронку с диаметром пор 80 мкм и фильтровальную бумагу.

Промывают осадок на фильтре водой температурой 5 °С до прекращения пенообразования, затем промывают последовательно с 25—50 см^3 этилового спирта и с 25—50 см^3 диэтилового эфира.

9.4 Полученный осадок вместе с фильтровальной бумагой помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 10—15 мин. Сухой остаток на фильтре является дигитонином стерина.

9.5 В коническую колбу вместимостью 25 см^3 помещают (100 ± 5) мг дигитонина стерина, добавляют 1 см^3 уксусного ангидрида, нагревают на глицериновой бане при температуре 130 °С — 145 °С до растворения дигитонина, после чего нагревание продолжают еще 2 мин. Затем раствор охлаждают до 80 °С.

Не используют прямой нагрев раствора, так как возможно разбрызгивание.

9.6 К охлажденному до 80 °С раствору (9.5) добавляют 4 см^3 этилового спирта, перемешивают, слегка нагревают для растворения стерил ацетата, который может кристаллизоваться.

9.7 Теплый раствор фильтруют через бумажный фильтр средней фильтрации, промывая этиловым спиртом. Полученный фильтрат постепенно нагревают до слабого кипения. В кипящий раствор аккуратно по каплям из пипетки с одновременным энергичным встряхиванием добавляют 1,0—1,5 см^3 дистиллированной воды до такого состояния, пока стерил ацетат не начнет выпадать в осадок, но при этом еще возвращаясь в раствор (до насыщенного раствора). В образующийся осадок стерил ацетата добавляют несколько капель этилового спирта. Охлаждают на воздухе 2 ч и затем окончательно в холодной воде 30 мин.

9.8 Выделившийся стерил ацетат фильтруют через фильтровальную бумагу высокой фильтрации, применяя фильтрующее устройство (колба Бунзена и воронка Бюхнера) с водоструйным насосом, и промывают кристаллы 1 см^3 этилового спирта (80 % об.).

9.9 Выделившиеся кристаллы для повторного растворения нагревают с 1 см^3 этилового спирта. Охлаждают 15 мин на воздухе, затем 5 мин в холодной воде. Выкристаллизовавшийся стерил ацетат фильтруют по 9.8.

9.10 При необходимости (для лучшей очистки) рекристаллизацию и фильтрацию повторяют 3—4 раза.

9.11 В коническую колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 10 мг стерил ацетата, добавляют 1 $см^3$ этилового спирта, аккуратно перемешивают и добавляют 1—2 капли раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 %.

9.12 Раствор нагревают на кипящей водяной бане до начала закипания и растворения стерил ацетата.

9.13 Добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ диэтилового эфира и встряхивают. После разделения смеси водный слой удаляют.

9.14 Оставшийся слой промывают тремя порциями по 5 $см^3$ дистиллированной воды. Затем переносят в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и выпаривают насухо.

9.15 Остаток растворяют в 10 $см^3$ этанола (80 % об.). Каплю раствора помещают на предметное стекло для микроскопии, равномерно распределяя ее по поверхности, закрывают покровным стеклом, выдерживают до начала кристаллообразования по краям предметного стекла, переворачивают и смотрят под микроскопом по мере кристаллизации при линейном увеличении в 200 раз. Формы кристаллов стеринов оценивают визуально, сравнивая их со сравнительным образцом.

Формы сравнительных образцов представлены в приложении А».

(ИУС № 3 2016 г.)

Поправка к ГОСТ 31506—2012 Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 7 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru