ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55247— 2012

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СОСТАВНЫЕ И МОЛОКОСОДЕРЖАЩИЕ

Определение массовой доли жира методом Вейбулл-Бернтропа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

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 29 ноября 2012 г. № 1312-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 издаваемом информационном указателе «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, 2013

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 . . . 4
9 Проведение измерений . . . 4
10 Обработка результатов измерений . . . 5
11 Контроль точности результатов измерений . . . 5
12 Оформление результатов определения . . . 6
13 Требования безопасности . . . 6
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СОСТАВНЫЕ И МОЛОКОСОДЕРЖАЩИЕ

Определение массовой доли жира методом Вейбулл-Бернтропа

Dairy componented and milkcontained products.
Determination of fat mass concentration by Weibull-Berntrop method

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные составные и молокосодержащие продукты (далее — продукт) и устанавливает определение массовой доли жира гравиметрическим методом Вейбулл-Бернтропа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты», 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], ГОСТ Р 52738.

4 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании жира гексаном или петролейным эфиром после обработки пробы кипящим раствором соляной кислоты, выпаривании растворителя и взвешивании полученного остатка.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документации изготовителя.

Термометр жидкостной (нертутный) диапазоном измерения от 0 °С до 150 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

Испаритель ротационный, с водяной баней, обеспечивающей поддержание температуры от 30 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

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

Установка для экстрагирования по типу Сокслета, состоящая из:

- колбы для экстрагирования П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- экстрактора — насадки НЭТ-150 ТС по ГОСТ 25336;
- переходника П1-1-45/40-19/26 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильника шарикового ХШ-1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная термостатируемая.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Цилиндры 1(3)-50-2, 1(3)-100-2, 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250-29/32, Кн-1-500-29/32 с притертыми пробками ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Холодильник ХПТ-1-200-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Гильзы для экстрагирования, изготовленные из обезжиренной обеззоленной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия, политетрафлуороэтилена (PTFE) или целлюлозы с внутренним диаметром 22 мм и длиной 80 мм.

Фильтры бумажные складчатые обезжиренные диаметром 15 см по ГОСТ 12026.

Вата хлопковая по ГОСТ 5556, обезжиренная в растворителе (7.3.2) в течение 1,5 ч и высушенная.

Материал, облегчающий кипение: стеклянные шарики, обезжиренный непористый фарфор или карбид кремния.

Палочки стеклянные оплавленные.

Пинцет.

Шпатель металлический.

Щипцы металлические.

Бумага лакмусовая голубая.

Гексан безводный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 20 %-ный раствор, плотностью ρ_{20} = 1,10 г/см^3.

Эфир петролейный с температурой кипения от 30 °С до 60 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809 с дополнением.

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

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка продукта для анализа

7.1.1 Продукт без пищевкусовых добавок или содержащий пищевкусовые добавки, образующие с продуктом однородную структуру (кофе, какао, фян и т. д.), или неотделяемые пищевкусовые компоненты (кокосовая стружка, дробленые орехи и т. д.), максимально полно 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 массы, не допуская разжижения продукта и освобождаясь от воздушных пузырьков. После чего продукт помещают в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 3—5 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы. Затем продукт охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Во избежание расслоения пробу продукта отбирают сразу же после гомогенизации.

Творожный продукт помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают и растирают, добиваясь однородности.

7.1.2 Продукты с отделяемыми пищевкусовыми компонентами и декорированные (орехи, печенье, вафли в виде декора, глазурь, начинки в виде стержня и другие отделяемые компоненты) максимально полно освобождают от наполнителей, глазури и декора, и далее — как указано в 7.1.1.

7.2 Подготовка колбы для экстрагирования

Колбу для экстрагирования вместе с материалом, облегчающим кипение, высушивают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, охлаждают (не в эксикаторе) в течение 30 мин до температуры комнаты, в которой будут проводить взвешивание.

Применяя щипцы, колбу помещают на весы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

7.3 Подготовка реактивов

7.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 20 %

100 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/см^3) смешивают с 100 см^3 дистиллированной воды. Плотность полученного раствора составляет ρ_{20} = 1,10 г/см^3.

Срок хранения раствора при комнатной температуре в плотно укупоренной посуде — не более 1 мес.

7.3.2 Подготовка растворов для экстрагирования

Для проверки качества гексана и петролейного эфира в колбу для экстрагирования, подготовленную по 7.2, помещают 100 см^3 растворителя. Если после отгонки растворителя в колбе остается осадок массой не более 1,0 мг, раствор для экстрагирования считают пригодным для работы.

7.4 Подготовка фильтровальной бумаги

Для контроля качества фильтровальной бумаги проводят контрольную пробу по 9.13, используя пустую колбу для экстрагирования (7.2). После проведения экстрагирования в колбе должен остаться осадок массой не более 2,5 мг.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;
- атмосферное давление . . . . . (96 ± 10) кПа;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

9 Проведение измерений

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

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают от 3 до 20 г анализируемой пробы, взвешенной с точностью до 0,001 г. Массу пробы продукта выбирают таким образом, чтобы во взвешенной анализируемой пробе содержание сухих веществ составляло от 3,0 до 3,5 г, а содержание жира — не более 1,0 г; для выполнения данного условия масса пробы продукта может быть уменьшена.

Взвешенную анализируемую пробу продукта помещают в колбу таким образом, чтобы горлышко колбы оставалось чистым.

9.2 Добавляют дистиллированную воду температурой (30 ± 2) °С в таком количестве, чтобы общий объем раствора составлял не более 25 см^3, и аккуратно перемешивают.

9.3 Добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты массовой долей 20 % (7.3.1), омывая стенки конической колбы. Содержимое колбы аккуратно перемешивают вращательными движениями. Колбу соединяют с прямым холодильником и нагревают до тех пор, пока содержимое колбы не начнет кипеть. Пробу кипятят в течение (30 ± 1) мин, время от времени аккуратно помешивая вращательными движениями.

9.4 150 см^3 дистиллированной воды нагревают до температуры (80 ± 2) °С. Используя 75 см^3 горячей дистиллированной воды, ополаскивают внутреннюю поверхность холодильника и отсоединяют его от колбы. Оставшиеся 75 см^3 горячей дистиллированной воды добавляют в колбу, омывая внутреннюю поверхность горлышка и стенки колбы.

9.5 Содержимое колбы немедленно фильтруют через складчатый бумажный фильтр, помещенный на воронку и полностью смоченный дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С, направляя струю по стеклянной палочке.

Колбу трижды ополаскивают горячей дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С, выливая смывы по стеклянной палочке на фильтр. В конце фильтр промывают не менее трех раз горячей дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С до тех пор, пока смывной раствор не будет содержать соляной кислоты, что определяют с помощью лакмусовой бумажки. Всего используют не более 400 см^3 дистиллированной воды. Фильтр высушивают, не снимая с воронки, оставив при комнатной температуре.

9.6 С помощью пинцета фильтр снимают с воронки и помещают в экстракционную гильзу таким образом, чтобы верхний край фильтра находился на 20 мм ниже края гильзы. Гильзу помещают в стакан вместимостью 100 см^3.

9.7 Стакан с гильзой и коническую колбу со стеклянной палочкой нагревают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1—1,5 ч и охлаждают.

9.8 Держа гильзу пинцетом, свободно оборачивают ее обезжиренной ватой и помещают в экстрактор. Мерным цилиндром отмеривают 100 см^3 гексана или петролейного эфира. Частью растворителя омывают кончики пинцета, внутреннюю поверхность стакана и коническую колбу со стеклянной палочкой, собирая смывы в подготовленную по 7.2 колбу для экстрагирования. Остаток раствора добавляют в колбу для экстрагирования, ополаскивая внутреннюю поверхность горловины колбы.

9.9 Колбу для экстрагирования соединяют с экстрактором, содержащим гильзу. К экстрактору подсоединяют холодильник (через переходник).

Колбу для экстрагирования нагревают до температуры кипения растворителя и кипятят при слабом кипении приблизительно 4 ч. При этом гильза и ее содержимое омываются растворителем не менее 20 раз.

9.10 Колбу для экстрагирования отсоединяют от экстрактора, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы и кончик холодильника небольшим количеством растворителя. Осторожно отгоняют весь растворитель из колбы для экстрагирования. При использовании водяной бани аккуратно вытирают внешнюю поверхность колбы.

9.11 Колбу для экстрагирования (положив ее на бок для лучшего испарения растворителя) помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение (60 ± 5) мин, охлаждают не в эксикаторе, но не допуская попадания влаги, до температуры комнаты, в которой будет проводиться взвешивание, и взвешивают с точностью до 0,001 г. Не допускается вытирать колбу непосредственно перед взвешиванием. На весы колбу помещают с помощью щипцов.

9.12 Высушивание колбы по 9.11 повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,001 г, или при одном из взвешиваний после высушивания наблюдается увеличение массы. В качестве массы колбы и экстрагируемого вещества принимают минимальное значение массы.

9.13 Контрольная проба

Параллельно проводят контрольный опыт, используя вместо анализируемой пробы 25 см^3 дистиллированной воды.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую долю жира в анализируемой пробе продукта X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса колбы для экстрагирования с выделенным жиром после высушивания, г;

m_2 — масса пустой колбы для экстрагирования, г;

m_3 — масса колбы для экстрагирования с экстрагируемым веществом, полученным при проведении холостой пробы, г;

m_4 — масса пустой колбы для экстрагирования, подготовленной для проведения холостой пробы, г;

m_0 — масса анализируемой пробы продукта по 9.1, г;

100 — коэффициент перевода на 100 г продукта.

10.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли жира при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы, абсолютной погрешности ± Δ, %
От 0,1 до 5,0 вкл.	0,05	0,15	0,10
Св. 5,0 до 20,0 вкл.	0,10	0,17	0,12
Более 20,0	0,15	0,35	0,25

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли жира в анализируемом продукте, 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 результатов двух параллельных определений массовой доли жира в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений 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 определения массовой доли жира в анализируемом продукте, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

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

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

где X_1', X_2' — значения результатов двух определений массовой доли жира в анализируемом продукте, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

12 Оформление результатов определения

Результат определения массовой доли жира в анализируемом продукте представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X = X_{ср} \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0{,}95,$$

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

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, % (таблица 1).

13 Требования безопасности

13.1 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.

13.2 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Библиография

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

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

Ключевые слова: продукты молочные составные и молокосодержащие, гравиметрический метод Вейбулл-Бернтропа, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, проведение измерений, обработка результатов измерений, контроль точности результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, оформление результатов определения, требования безопасности

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

Сдано в набор 13.06.2013. Подписано в печать 25.07.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 138 экз. Зак. 811.

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