МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 14156— 2015

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Методы экстракции липидов и жирорастворимых соединений

(ISO 14156/IDF 172:2001, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2015 г. № 75-П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 июня 2016 г. № 643-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 14156—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14156/IDF 172:2001 «Молоко и молочные продукты. Методы экстракции липидов и липорастворимых соединений» («Milk and milk products — Extraction methods for lipids and liposoluble compounds», IDT), включая его изменение Amd. 1:2007.

Международный стандарт разработан Подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2001 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Оборудование 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка анализируемой пробы 2
8 Проведение измерений 3
9 Протокол 4
Библиография 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Методы экстракции липидов и жирорастворимых соединений

Milk and milk products. Extraction methods for lipids and liposoluble compounds

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы экстракции репрезентативной части жира, содержащей липиды и жирорастворимые соединения, из молока и молочной продукции.

Метод применяют для подготовки образцов, анализируемых методами, установленными в [1], [2], [3], [4].

(Amd. 1:2007)

В соответствии с методами определения содержания жира в молоке, сгущенном молоке, сухих молочных продуктах, сливках и кисломолочных продуктах свободные жирные кислоты не являются частью экстрагированного жира.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **липиды и жирорастворимые соединения** (lipids and liposoluble compounds): Вещества, экстрагируемые или извлекаемые с использованием различных методик, указанных в настоящем стандарте.

3 Сущность метода

Липиды и жирорастворимые соединения экстрагируются или извлекаются из молока и различной молочной продукции для дальнейшего анализа. Из масла или другого продукта с высоким содержанием жира липидная фракция извлекается физическими методами. Из других продуктов липиды и жирорастворимые соединения экстрагируют с помощью растворителей после соответствующей подготовки образца.

4 Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только признанной аналитической чистоты, а также дистиллированную или деминерализованную воду, не содержащую хлоридов, или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Раствор аммиака $c(NH_3)$ = 14 моль/дм^3 (ρ_{20} = 919 г/дм^3).

4.2 Этанол (C_2H_5OH) объемной долей (96 ± 2) %.

4.3 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), не содержащий перекиси.

4.4 Сульфат натрия безводный (Na_2SO_4).

4.5 Раствор сульфата натрия.

Растворяют в воде 100 г безводного натрия сульфата (Na_2SO_4). Доводят объем водой до 1 дм^3.

4.6 н-Пентан.

4.7 Песок, не содержащий органических материалов.

Издание официальное

5 Оборудование

Для проведения измерений используют стандартное лабораторное оборудование и перечисленное ниже.

5.1 Печь, способная поддерживать температуру (50 ± 5) °С.

5.2 Аппарат Сокслета, оснащенный экстракционной гильзой.

5.3 Водяные бани, способные поддерживать температуру от 40 °С до 60 °С, от 30 °С до 40 °С и (50 ± 2) °С.

5.4 Делительная воронка вместимостью 500 $см^3$.

5.5 Мерные цилиндры вместимостью 100 и 250 $см^3$.

5.6 Лабораторные стаканы вместимостью 100 $см^3$.

5.7 Фильтровальная бумага средней пористости, диаметром примерно 15 см.

5.8 Конические колбы вместимостью 250 $см^3$.

5.9 Круглодонные колбы вместимостью 250 $см^3$.

5.10 Роторный испаритель с аксессуарами.

5.11 Ложка или шпатель.

6 Отбор проб

В лабораторию должна быть доставлена представительная проба. Во время транспортирования и хранения не допускается какое-либо ее изменение или порча.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [5][1)].

Хранить образец необходимо таким образом, чтобы предотвратить ухудшение или изменение его состава.

7 Подготовка анализируемой пробы

7.1 Сырое молоко и сырые сливки

Доводят образец для испытания в водяной бане (5.3) до температуры от 35 °С до 40 °С. Перемешивают многократным переворачиванием емкости с образцом, затем быстро охлаждают до (20 ± 2) °С.

7.2 Гомогенизированное молоко, гомогенизированные сливки и кисломолочные продукты

Доводят образец для испытания до температуры (20 ± 2) °С. Тщательно перемешивают или встряхивают емкость с образцом.

7.3 Сгущенное стерилизованное молоко

Встряхивают и переворачивают емкость с образцом. Открывают емкость, медленно выливают образец для испытания во вторую емкость (оснащенную герметичной крышкой) и перемешивают многократным переносом, следят за тем, чтобы образец для испытания вобрал в себя любой жир или иной компонент, налипший на стенки первой емкости. На заключительном этапе переносят молоко в максимально полном объеме во вторую емкость. Закрывают емкость.

Если образцы находятся в герметичных банках, выдерживают невскрытую банку в водяной бане (5.3), установленной на температуру от 40 °С до 60 °С. Энергично встряхивают банку каждые 15 мин. Через 2 ч достают банку из водяной бани и дают банке и ее содержимому остыть до комнатной температуры. Снимают крышку и тщательно перемешивают содержимое банки, используя ложку или шпатель (5.11).

7.4 Сгущенное молоко с сахаром

Открывают емкость для хранения образцов и тщательно перемешивают образец для испытания ложкой или шпателем. Используют вращательные движения вверх и вниз так, чтобы переместить и перемешать верхний слой и содержимое нижних углов емкости. Следят за тем, чтобы образец для

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 707—2010 «Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб».

испытания вобрал в себя все молоко, налипшее на стенку емкости. Переносят образец для испытания в максимально полном объеме во вторую емкость (оснащенную герметичной крышкой). Закрывают ее.

Если образцы находятся в герметичных банках, выдерживают невскрытую банку в водяной бане (5.3), установленной на температуру от 30 °С до 40 °С. Открывают емкость и переносят весь объем образца для испытания, соскоблив весь образец, налипший на внутреннюю поверхность банки, в чашку, достаточно большую для тщательного перемешивания. Перемешивают содержимое чашки до получения однородной массы.

Если образец для испытания находится в мягкой тубе, открывают тубу и переносят ее содержимое в чашку. Разрезают тубу, соскабливают весь образец для испытания, налипший на внутреннюю поверхность тубы, и добавляют его к содержимому чашки. Перемешивают содержимое чашки до получения однородной массы.

7.5 Сухие молочные продукты

Тщательно перемешивают образец для испытания, многократно вращая и переворачивая емкость с ним.

7.6 Сыр

Перед проведением анализа удаляют корку, а также грязный или покрытый плесенью поверхностный слой сыра.

8 Проведение измерений

8.1 Общая информация

В образцах для испытания с относительно высоким содержанием фосфолипидов и относительно низким содержанием простых липидов (например, пахта) выбранная методика экстракции будет влиять на состав жирных кислот в экстрагируемом жире. Для таких образцов для испытания используют методику, описанную в 8.3, с добавлением в навеску приблизительно 1,5 г хлорида натрия. Жир, извлеченный таким образом, будет содержать фосфолипиды. Состав жирных кислот в фосфолипидах значительно отличается от иных жировых компонентов молока.

8.2 Обезвоженный молочный жир, молочный жир и масло

Растапливают 50—100 г образца для испытания в печи (5.1) при температуре 50 °С. Помещают 0,5—1,0 г безводного сульфата натрия (4.4) на сложенную фильтровальную бумагу (5.7). Фильтруют жир через фильтровальную бумагу с безводным сульфатом натрия, при этом собирают фильтрат в лабораторный стакан (5.6), который держат в печи (5.1) при температуре 50 °С. При фильтровании растопленного масла через фильтровальную бумагу (5.7) следят, чтобы не просочился водный слой.

8.3 Непастеризованное молоко и гомогенизированное молоко

Смешивают в делительной воронке (5.4) 100 $см^3$ образца для испытания с 80 $см^3$ этанола (4.2) и 20 $см^3$ раствора аммиака (4.1).

Добавляют 100 $см^3$ диэтилового эфира (4.3) и энергично встряхивают воронку в течение 1 мин. Оставляют в покое до разделения фаз. Затем добавляют к содержимому воронки 100 $см^3$ н-пентана (4.6) и тщательно перемешивают. Оставляют в покое до второго разделения фаз, затем сливают водный слой.

Добавляют к оставшемуся содержимому воронки 100 $см^3$ раствора натрия сульфата (4.5) и снова тщательно перемешивают. Оставляют в покое до третьего разделения фаз и после этого сливают водный слой. Добавляют к оставшемуся содержимому воронки вторые 100 $см^3$ раствора натрия сульфата и энергично встряхивают в течение 1 мин. Оставляют воронку в покое до разделения фаз и снова сливают водный слой. Переносят оставшийся органический слой в коническую колбу (5.8). Добавляют 5—10 г безводного сульфата натрия (4.4), закупоривают колбу и перемешивают ее содержимое.

Оставляют колбу в покое на 10 мин и фильтруют ее содержимое в круглодонную колбу (5.9). Используя роторный испаритель (5.10), выпаривают содержимое колбы при пониженном давлении в водяной бане (5.3), установленной на 50 °С, пока не станет видно, что испарение закончилось.

Отсоединяют колбу от роторного испарителя. Промывают содержимое колбы струей азота в течение 1 мин. Снова присоединяют колбу к испарителю и продолжают выпаривание еще 10 мин. Несмотря на двойное выпаривание, растворитель испаряется не полностью. Массовая доля остатка растворителя будет составлять менее 2 %.

При проведении некоторых анализов жиров (например, состава жирных кислот) не требуется полное удаление растворителя. Если необходимо полное удаление растворителя, нагревают содержимое колбы в печи при температуре 102 °С до тех пор, пока масса не станет постоянной.

ОСТОРОЖНО — Следует отметить, что при температуре 102 °С возможно расщепление жира (например, линоленовой кислоты) или иных жировых компонентов.

Жир, экстрагированный описанным выше методом, не содержит свободных жирных кислот.

8.4 Сгущенное молоко с сахаром, сгущенное стерилизованное молоко, сливки и кисломолочные продукты

Разводят соответствующее количество образца для испытания таким образом, чтобы получить 100 $см^3$ навески с массовой долей жира приблизительно 4 %. Продолжают согласно 8.3.

8.5 Сухие молочные продукты

Для приготовления навески разводят 10 г образца для испытания в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Помещают навеску на 30 мин в водяную баню (5.3), установленную на 60 °С, и время от времени встряхивают. Охлаждают до комнатной температуры и продолжают согласно 8.3.

8.6 Сыр

Натирают или разминают сыр в зависимости от его консистенции.

Переносят некоторое количество образца для испытания, содержащее приблизительно 4 г жира, в ступку. Тщательно растирают образец со смесью песка (4.7) и сульфата натрия (4.4) в пропорции 1:1 до получения сухого образца для испытания.

Примечание — Необходимое количество смеси из песка и сульфата натрия зависит от уровня содержания влаги в сыре.

Переносят всю навеску в экстракционную гильзу и ставят ее (закрытую, например, ватной пробкой) в камеру экстракционного аппарата Сокслета (5.2). Наливают в круглодонную колбу 250 $см^3$ н-пентана (4.6) и экстрагируют образец в течение 6 ч с обратным холодильником.

Используя роторный испаритель (5.10), выпаривают содержимое колбы при пониженном давлении в водяной бане (5.3), установленной на 50 °С, до видимого окончания испарения.

Отсоединяют колбу от роторного испарителя. Промывают содержимое колбы струей азота 1 мин. Снова присоединяют колбу к испарителю и продолжают выпаривание еще 10 мин (см. также «ОСТОРОЖНО» в 8.3).

Для определения холестерина в сыре суспендируют некоторое количество образца для испытания, содержащего приблизительно 4 г жира в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Продолжают согласно 8.3.

9 Протокол

Протокол должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- применяемый метод отбора проб, если он известен;
- применяемый метод экстракции, а также ссылку на настоящий стандарт;
- все технологические особенности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, а также сведения о любых происшествиях, которые могли повлиять на результат(ы).

Библиография

[1] ISO 707:2008 Milk and milk products — Guidance on sampling
Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

[2] ISO 12078:2006/IDF 159:2006 Anhydrous milk fat — Determination of sterol composition by gas liquid chromatography (Reference method)
Жир молочный безводный. Определение состава стерина методом газожидкостной хроматографии (контрольный метод)

[3] ISO 15884:2002/IDF 182:2002 Milk fat — Preparation of fatty acid methyl esters
Жир молочный. Приготовление сложных метиловых эфиров жирных кислот

[4] ISO 15885:2002/IDF 184:2002 Milk fat — Determination of the fatty acid composition by gas-liquid chromatography
Жир молочный. Определение состава жирных кислот методом газожидкостной хроматографии

[5] ISO 18252:2006/IDF 200:2006 Anhydrous milk fat — Determination of sterol composition by gas liquid chromatography (Routine method)
Жир молочный безводный. Определение состава стерина методом газожидкостной хроматографии (практический метод)

УДК 637.12.055:547.915(083.74)(476) МКС 67.100.01

Ключевые слова: молочная продукция, молоко, пробы, методы отбора проб, липиды, жирорастворимые соединения, экстракция

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru