МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33957—
2016**

СЫВОРОТКА МОЛОЧНАЯ И НАПИТКИ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ ВНИИМС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 октября 2016 г. № 92-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2016 г. № 1878-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33957—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2017 г.

5 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Правила приемки . . . 2
5 Отбор проб и подготовка их к анализу . . . 3
6 Методы контроля . . . 5
6.1 Определение органолептических показателей . . . 5
6.2 Определение температуры . . . 6
6.3 Определение титруемой кислотности . . . 7
6.4 Определение массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом . . . 8
6.5 Определение плотности и массовой доли сухих веществ . . . 10
6.6 Определение массовой доли сухих веществ методом высушивания . . . 11
6.7 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки поляриметрическим методом . . . 13
6.8 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки йодометрическим методом . . . 15
6.9 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки методом высокоэффективной жидкостной хроматографии . . . 15
6.10 Определение массовой доли хлористого натрия кондуктометрическим методом . . . 15
6.11 Определение массовой доли сахарозы в напитках на основе молочной сыворотки . . . 15
6.12 Определение активной кислотности в окрашенных напитках на основе молочной сыворотки . . . 15
7 Оформление результатов измерений . . . 15
Библиография . . . 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫВОРОТКА МОЛОЧНАЯ И НАПИТКИ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Dairy whey and drinks on its basis. Acceptance rules, sampling and methods of control

Дата введения — 2017—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочную сыворотку — сырье (подсырную, творожную, казеиновую) (далее — молочная сыворотка) и напитки на ее основе (далее — напитки) и устанавливает правила приемки, отбор проб и методы контроля органолептических и физико-химических показателей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3628—78 Молоко и молочные продукты. Методы определения сахара.

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Реактивы. Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13830—97 Соль поваренная пищевая. Общие технические условия

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

ГОСТ 18300—87* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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

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

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный».

Издание официальное

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29248—91 Консервы молочные. Йодометрический метод определения сахаров

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32573—2013 Чай черный. Технические условия

ГОСТ 32892—2014 Молоко и молочная продукция. Метод измерения активной кислотности

ГОСТ 32901—2014 Молоко и молочная продукция. Методы микробиологического анализа

ГОСТ 33569—2015 Молочная продукция. Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины в соответствии с [1]—[4] и ГОСТ 26809.1.

4 Правила приемки

4.1 Молочную сыворотку и напитки на ее основе принимают партиями.

4.2 Партией считают совокупность единиц продукции, однородной по составу и качеству, имеющей одно и то же наименование, находящуюся в однородной упаковке, произведенную одним и тем же изготовителем в соответствии с одним и тем же техническим документом на однотипном технологическом оборудовании в течение одного технологического цикла, по единому производственному режиму, имеющую одну и ту же дату производства, сопровождаемую товаросопроводительной документацией, обеспечивающей ее прослеживаемость.

Для молочной сыворотки в цистернах партией считают продукцию каждой цистерны или ее секции; для молочной сыворотки, транспортируемой во флягах, — продукцию одной емкости; для напитков — продукцию одной емкости или продукцию одной смены при непрерывной работе оборудования.

4.3 Для контроля качества молочной сыворотки в цистернах отбирают объединенную пробу от каждой партии продукции. Объем объединенной пробы составляет не менее 1,0 $дм^3$.

4.4 Для контроля качества молочной сыворотки в транспортной упаковке (флягах) и напитков в потребительской упаковке от каждой партии продукции отбирают выборку.

4.5 Выборку для контроля качества партии составляют случайным образом.

4.6 Объем выборки от партии молочной сыворотки в транспортной упаковке составляет 5 % единиц транспортной упаковки, при наличии в партии менее 20 единиц — отбирают одну.

4.7 Объем выборки от партии напитков в потребительской упаковке указан в таблице 1.

Таблица 1

Количество единиц транспортной упаковки в партии	Количество единиц транспортной упаковки в выборке
До 100	2
От 101 до 200	3
От 201 до 500	4
От 501 и более	5

Из каждой единицы транспортной упаковки, включенной в выборку, отбирают по одной единице потребительской упаковки.

4.8 Проверку состояния упаковки и соответствия маркировки требованиям [1]—[4], нормативного или технического документа на конкретное наименование продукции проводят путем осмотра внешнего состояния упаковки и экспертизы маркировочного текста перед отбором проб по каждой ее единице в партии, а потребительской упаковки — по каждой ее единице из транспортной упаковки с продукцией, включенной в выборку.

По результатам проверки приемке подлежит только продукция в упаковке и с маркировкой, которая соответствует требованиям нормативных и технических документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

4.9 Температуру, массу нетто или объем молочной сыворотки во флягах и напитков определяют перед отбором проб в каждой единице упаковки, включенной в выборку; для молочной сыворотки в цистернах — в каждой цистерне или ее секции.

Отбор проб для определения органолептических показателей проводят перед отбором проб для определения физико-химических показателей от каждой единицы упаковки, включенной в выборку; для молочной сыворотки в цистернах — от каждой цистерны или ее секции.

4.10 При обнаружении механических примесей, плесени для молочной сыворотки в цистернах и флягах, включенных в выборку, контролю подлежит каждая единица партии.

По результатам контроля приемке подлежит только продукция, соответствующая требованиям нормативных и технических документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

При обнаружении посторонних веществ, плесени в напитках в потребительской упаковке партия приемке не подлежит.

4.11 При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из органолептических и физико-химических показателей по нему проводят повторный анализ удвоенного объема объединенной пробы молочной сыворотки, транспортируемой в цистернах, или удвоенного объема выборки контролируемой партии молочной сыворотки во флягах и напитков. Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

5 Отбор проб и подготовка их к анализу

5.1 Общие положения

5.1.1 Отбор проб проводят лица, прошедшие надлежащее обучение.

5.1.2 Отбор проб проводят после установления однородности партии и проверки состояния упаковки. В случае смешивания партий продукцию рассортировывают на однородные партии.

5.1.3 Размер отобранных проб должен обеспечить представительность выборки продукции.

5.1.4 Пробы для микробиологических, физико-химических и органолептических анализов отбирают отдельно.

5.1.5 Отбор проб для микробиологических анализов проводят перед отбором проб для органолептических и физико-химических испытаний в соответствии с ГОСТ 32901, применяя асептические методы.

Пробы для микробиологических анализов отбирают из одних и тех же единиц упаковки, что и пробы для органолептических и физико-химических испытаний.

Оборудование для отбора проб и емкости для проб для микробиологических анализов должны быть чистыми и стерилизованными перед использованием, включая одноразовое пластиковое оборудование.

5.1.6 Оборудование для отбора проб для органолептических и физико-химических испытаний должно быть чистым и сухим и не должно оказывать влияния на качество продукции.

Оборудование, используемое для отбора проб, должно быть изготовлено из нержавеющей стали, алюминия или из полимерных материалов, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами. Не допускается применять неисправное, загрязненное оборудование или со следами ржавчины.

5.1.7 Стеклянная, металлическая, фарфоровая или полимерная посуда, применяемая при отборе проб, должна быть сухой, чистой, без запаха, иметь соответствующую вместимость и форму, удобную для отбора проб. Посуду закрывают корковыми, пластмассовыми или обернутыми фольгой резиновыми пробками или крышками.

5.2 Отбор проб молочной сыворотки в транспортной упаковке

5.2.1 Отбор проб проводят после проверки состояния транспортной упаковки.

При осмотре транспортной упаковки контролируют ее внешний вид, чистоту, целостность пломб, наличие уплотнительных колец под крышками цистерн (фляг), наличие заглушек у патрубков цистерн и др.

5.2.2 Перед вскрытием транспортной упаковки с молочной сывороткой крышки фляг, цистерн или отсеков цистерны очищают от загрязнений, промывают и протирают.

5.2.3 Отбор точечных проб молочной сыворотки проводят кружкой или черпаком вместимостью 0,10; 0,25; 0,50 дм^3 с жесткой ручкой длиной от 50 до 100 см, металлической или пластмассовой трубкой внутренним диаметром (9,0 ± 1,0) мм по всей ее длине и с отверстиями по концам.

При составлении объединенной пробы молочной сыворотки число точечных проб от каждой единицы транспортной упаковки, включенной в выборку, должно быть одинаковым.

5.2.4 Перед отбором проб молочную сыворотку в цистернах и флягах перемешивают. При механизированном способе перемешивания продукт перемешивают во флягах до 1 мин, в автомобильных цистернах — от 3 до 5 мин, добиваясь его однородности, не допуская сильного вспенивания и переливания через край люка цистерны.

Допускается изменять режимы в зависимости от типа перемешивающего устройства и объема емкости для получения однородности молочной сыворотки, не допуская сильного вспенивания и переливания через край люка цистерны.

При отсутствии механизированного способа перемешивания молочную сыворотку в автомобильных цистернах и флягах перемешивают мутовкой, совмещая перемешивание ее вниз и вверх, с круговыми движениями соответственно 3 и 1 мин.

5.2.5 После перемешивания молочной сыворотки в целиком заполненной автомобильной цистерне проводят оценку молочной сыворотки по запаху и цвету, затем отбирают точечные пробы из разных мест кружкой, черпаком или трубкой, погружая ее до дна цистерны. Трубку погружают с такой скоростью, чтобы молочная сыворотка поступала в нее одновременно с погружением. Из каждой секции цистерны точечные пробы отбирают в одинаковом количестве, помещают в посуду, перемешивают и составляют из них объединенную пробу.

При неполном заполнении секций цистерны (ниже метки) или при различной их вместимости объединенные пробы составляют по каждой секции отдельно. Для этого из каждой секции отбирают точечные пробы (не менее двух), помещают их в посуду, перемешивают и составляют объединенную пробу.

5.2.6 После перемешивания молочной сыворотки во флягах, включенных в выборку, проводят оценку молочной сыворотки по запаху и цвету, затем отбирают точечные пробы трубкой из каждой единицы транспортной упаковки с молочной сывороткой. Отбор проб и составление объединенной пробы проводят по 5.2.5.

Объем объединенной пробы должен составлять не менее 1,0 дм^3.

5.2.7 Из объединенной пробы после перемешивания выделяют пробу, предназначенную для анализа, объемом не менее 0,5 дм^3.

5.2.8 Молочную сыворотку, оставшуюся после составления объединенной пробы и пробы, предназначенной для анализа, в случае ее гарантированной безопасности, присоединяют к партии.

5.3 Отбор проб напитков в потребительской упаковке

При составлении объединенной пробы от напитков в бутылках и пакетах, включенных в выборку, содержимое потребительских упаковок перемешивают путем пятикратного переворачивания бутылки или пакета. Затем продукцию из бутылок и пакетов переливают в посуду, составляя объединенную пробу. Объем объединенной пробы должен составлять не менее 1,0 дм^3.

5.4 Маркировка, транспортирование и хранение

5.4.1 Пробы, направляемые в лабораторию предприятия-изготовителя, снабжают этикеткой с обозначением наименования продукции, номера партии, даты и времени изготовления.

5.4.2 Пробы, направляемые в лабораторию вне предприятия-изготовителя, снабжают этикеткой и актом отбора проб с указанием:

- наименования и адреса испытательной лаборатории;
- наименования продукции и даты ее изготовления;
- места отбора проб;
- наименования предприятия-изготовителя;

- объема партии, от которой отобрана проба;
- идентификационного номера и любой кодовой маркировки партии, из которой были отобраны пробы;
- температуры продукта в момент отбора пробы;
- даты и часа отбора пробы;
- должности лиц, отобравших пробу;
- перечня показателей, которые должны быть определены;
- номера и даты транспортного документа, сопровождающего контролируемую партию продукции;
- обозначения нормативного или технического документа на конкретный продукт.

Надписи на этикетке с пробами наносят любым способом, обеспечивающим четкое их прочтение.

Для маркирования проб используют этикетки, изготовленные печатным способом (типографским или на компьютере). Допускается маркировочный текст на этикетку наносить вручную, используя не имеющие запаха стойкие чернила или маркеры.

5.4.3 Пробы пломбируют или опечатывают. Емкости перевязывают вокруг горловины крепкой ниткой или шпагатом, концы которых закидывают наверх пробки или крышки и там пломбируют.

Допускается использование специальных контейнеров для отбора и доставки проб.

5.4.4 Пробы продукции следует доставлять в лабораторию сразу после их отбора.

Условия хранения и транспортирования проб должны соответствовать требованиям нормативных или технических документов на контролируемый продукт и исключать изменение температуры, воздействие посторонних неприятных запахов, прямого солнечного света и других неблагоприятных условий.

Для доставки проб рекомендуется использовать термоизолированные емкости и переносные сумки-холодильники, обеспечивающие поддержание температуры от 2 °С до 6 °С.

5.4.5 Анализ проб по органолептическим и физико-химическим показателям проводят сразу после доставки их в лабораторию, но не позднее, чем через 8 ч после их отбора.

5.4.6 В случае арбитражных разногласий в качестве анализируемых продуктов повторный отбор проб проводят с участием всех заинтересованных лиц, подписи которых фиксируют в протоколе отбора проб.

5.4.7 Консервирование и замораживание проб не допускается.

5.5 Подготовка проб

Объединенную пробу продукции испытывают после нагревания до температуры (20 ± 2) °С и перемешивания.

Допускается использование автоматических перемешивающих устройств.

Перемешивание осуществляют аккуратно, не вызывая вспенивания пробы.

6 Методы контроля

6.1 Определение органолептических показателей

Органолептическую оценку проводят как непосредственно после отбора проб, так и после их хранения и транспортирования при температуре от 2 °С до 6 °С в течение не более 8 ч.

6.1.1 Посуда и материалы

Стаканчики Н—1(2)—50 по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С.

Колбы конические Кн-2—100(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Чашки Петри ЧБН-100 по ГОСТ 25336.

Чай черный по ГОСТ 32573, без ароматизаторов.

Чайники электрические и заварочные.

6.1.2 Проведение испытаний

Вкус и запах, консистенцию, внешний вид и цвет определяют при помощи визуального и сенсорного анализа и проверяют их соответствие нормативным или техническим документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Внешний вид и цвет продукции определяют следующим образом. Из объединенной пробы часть молочной сыворотки или напитка переносят в чистую и сухую чашку Петри, заполняя ее примерно на-

половину емкости. Чашку Петри помещают на белый лист бумаги и рассматривают содержимое чашки в отраженном свете.

Органолептическую оценку запаха и вкуса проводят, нюхая и пробуя продукцию на вкус.

Стаканчик с испытуемой пробой продукции подносят к носу на расстоянии 1-2 см. Коротким глубоким двухразовым вдыханием определяют запах. Затем отпивают не менее 10 см^3 продукции, распределяют ее по ротовой полости до основания языка, выдерживают во рту примерно 7 с. После чего выплевывают пробу в плевательницу. Проводят глотательное движение с выдохом в нос и делают окончательную оценку запаха и вкуса испытуемой пробы. Ротовую полость тщательно ополаскивают слабо заваренным чаем температурой (35 ± 5) °С.

Консистенцию молочной сыворотки и напитков определяют путем переливания их из прозрачной бесцветной колбы вместимостью около 100 см^3 в другую такую же колбу, наблюдая при этом за однородностью переливаемой жидкости. Затем внимательно рассматривают внутренние стенки посуды, из которой переливали продукцию, на наличие хлопьев белка и др.

6.2 Определение температуры

6.2.1 Сущность метода

Метод измерения температуры стеклянным жидкостным термометром основан на изменении объема жидкости в стеклянной оболочке термометра в зависимости от температуры измеряемой среды.

Метод измерения температуры цифровым термометром основан на изменении электрической проводимости полупроводникового материала в зависимости от температуры измеряемой среды.

Метод измерения температуры лабораторным термометром ЛТ-300 основан на измерении электрического сопротивления чувствительного элемента датчика и последующем преобразовании его в значение температуры измеряемой среды.

6.2.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Термометр жидкостной стеклянный (не ртутный) по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С.

Термометр цифровой диапазоном измерения от 0 °С до 99 °С и допускаемой абсолютной погрешностью ± 1,0 °С или диапазоном измерения от 0 °С до 15 °С и допускаемой абсолютной погрешностью ± 0,3 °С.

Термометр лабораторный ЛТ-300 или аналогичные средства измерения диапазоном измерения от минус 50 °С до плюс 199 °С и допускаемой абсолютной погрешностью ± 0,05 °С.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Кружка мерная (черпак с удлиненной ручкой) вместимостью 0,25 или 0,5 дм^3.

Мутовка для перемешивания.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается применение других средств измерения, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.2.3 Подготовка к проведению измерений

Перед измерением температуры продукцию перемешивают.

Продукцию в бутылках и пакетах перемешивают путем пятикратного переворачивания бутылки или пакета.

Молочную сыворотку во флягах и цистернах перемешивают согласно 5.2.4.

6.2.4 Проведение измерений

6.2.4.1 Температуру продукции измеряют непосредственно в цистерне, фляге, пакете, бутылке и др.

6.2.4.2 При невозможности измерения температуры молочной сыворотки непосредственно в цистерне ее измеряют в черпаке над люком. Для этого черпак должен предварительно находиться в молочной сыворотке, температура которой измеряется, не менее 20 с.

6.2.4.3 Температуру молочной сыворотки во флягах измеряют выборочно: для партии до 15 фляг — в 2 флягах; от 15 и более фляг — в 3 флягах.

6.2.4.4 Стеклянный жидкостной термометр погружают в продукцию до нижней оцифрованной отметки и выдерживают в ней не менее 2 мин. Показания снимают, не извлекая термометр из продукта.

6.2.4.5 Цифровым термометром температуру измеряют в соответствии с требованиями паспорта или технических документов на прибор.

Перед каждым измерением термозонды протирают марлей, смоченной этиловым ректификованным спиртом.

Термозонды погружают в продукт на глубину 10—15 см и слегка вращают в нем. Включают термометр и выдерживают термозонд до появления на цифровом табло измерительного блока (примерно через 20—25 с) результата измерения.

После измерения температуры термозонд извлекают из продукта, протирают марлей, смоченной этиловым ректификованным спиртом, прибор выключают.

6.2.4.6 Термометром ЛТ-300 измеряют температуру в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Минимальная глубина погружения датчика 75 мм, время установления показаний электронного блока 5 с.

6.2.5 Обработка результатов

6.2.5.1 При измерении температуры стеклянным жидкостным (не ртутным) термометром, результат показания термометра округляют до целого числа.

6.2.5.2 При измерении температуры цифровым термометром температуру определяют по показаниям цифрового табло измерительного блока с точностью до 0,1 °С.

6.2.5.3 При измерении температуры термометром ЛТ-300 температуру определяют по показаниям жидкокристаллического индикатора электронного блока с точностью до 0,01 °С. Для регистрации результатов измерений во времени термометр может быть подключен к компьютеру посредством кабеля связи, входящего в комплект поставки термометра. Программное обеспечение, также входящее в комплект поставки термометра, позволяет фиксировать результаты измерений, как в графическом, так и в текстовом виде.

6.2.5.4 Проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости.

За окончательный результат измерения температуры принимают среднеарифметическое значение результатов измерений.

6.3 Определение титруемой кислотности

6.3.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукции, раствором гидроокиси натрия с применением в качестве индикатора раствора фенолфталеина.

6.3.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы утвержденного типа, проверенные в установленном порядке с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,2 мг.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С.

Баня водяная термостатируемая.

Секундомер ценой деления не более ± 0,2 с.

Штатив лабораторный.

Бюретки I—1(2)—2—5(10)—0,02 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)—10(50, 100, 1000)—1(2) по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(2)—100(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2—50(100, 250) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—1(2)—2—1(5, 10, 20) по ГОСТ 29228.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Натрия гидроокись, стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин, спиртовый раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462, раствор массовой концентрации 25 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

6.3.3 Подготовка к проведению определения

6.3.3.1 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,000 г фенолфталеина, добавляют 70 см^3 этилового спирта, закрывают пробкой и аккуратно перемешивают. В колбу добавляют до метки дистиллированную воду температурой (20 ± 1) °С и содержимое колбы перемешивают вращательными движениями.

Раствор хранят в посуде из темного стекла — не более 6 мес.

6.3.3.2 Приготовление контрольного эталона окраски

Для приготовления контрольного эталона окраски в колбу вместимостью 100 или 250 см^3 отмеряют 10 см^3 молочной сыворотки или неокрашенных напитков и 1 см^3 раствора сернокислого кобальта. Смесь тщательно перемешивают.

Контрольный эталон окраски хранят при комнатной температуре — не более 3 ч.

6.3.3.3 Приготовление раствора сернокислого кобальта массовой концентрации 25 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2,500 г 7-водного сернокислого кобальта. В колбу добавляют до метки дистиллированную воду и содержимое колбы перемешивают вращательными движениями.

Раствор хранят не более 6 мес.

6.3.3.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора гидроокиси натрия используют стандарт-титр. В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 3 мес.

6.3.4 Проведение определения

В коническую колбу вместимостью 50 или 100 см^3 помещают 10 см^3 продукции, добавляют 3 капли раствора фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего контрольному эталону окраски, не исчезающего в течение 1 мин.

6.3.5 Обработка результатов

Титруемую кислотность в градусах Тернера (°Т) вычисляют умножением объема раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в 10 см^3 продукции на коэффициент 10.

Предел повторяемости r — разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должен превышать 1,9 °Т.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должен превышать 2,6 °Т.

Границы допускаемой абсолютной погрешности при определении титруемой кислотности при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют ± 1,9 °Т.

6.4 Определение массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении показателя преломления, меняющегося в зависимости от массовой доли сухих веществ в анализируемой продукции в диапазоне значений от 5,0 % до 15,0 %, при помощи рефрактометра, фиксирующего преломление луча света в момент перехода из одной среды в другую (одна среда — стеклянная призма, другая — продукция).

6.4.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Рефрактометр, обеспечивающий возможность измерения показателя преломления от 1,3 до 1,7 и пределами допускаемой относительной погрешности по показателю преломления $n_D = \pm 2 \cdot 10^4$ от по-

казания прибора, диапазоном рабочих температур от 10 °С до 40 °С, внесенный в реестр средств измерений государства, принявшего стандарт.

Рефрактометр, шкала которого градуирована в градусах Брикс (°$В_х$), пределами допускаемой относительной погрешности ± 0,25 % от показания прибора, диапазоном рабочих температур от 10 °С до 40 °С, внесенный в реестр средств измерений государства, принявшего стандарт.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Стакан В-1—50(100) ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2—50(100) ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-25(36)—50(80) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные лабораторные оплавленные, длиной 15—20 см.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.4.3 Подготовка рефрактометра к выполнению измерений

Регулировку рефрактометра проводят в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации прибора.

Правильность показания шкалы рефрактометра проверяют измерением показателя преломления дистиллированной воды. При температуре дистиллированной воды 20 °С показатель преломления ее должен быть равен 1,3330 n_D или 0 °$В_х$. При отклонении показателя преломления от указанного его регулируют в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации прибора.

6.4.4 Подготовка проб

Из объединенной пробы отбирают около 20—30 $см^3$ продукции, которые фильтруют в стакан или коническую колбу вместимостью 50 $см^3$.

6.4.5 Построение градуировочного графика

В анализируемых пробах определяют методом высушивания массовую долю сухих веществ согласно 6.6, а также показатели преломления (n_D или °$В_х$).

Градуировочный график строят по 6—8 результатам измерения указанных показателей от разных партий продукта.

На оси абсцисс градуировочного графика откладывают значения массовой доли сухих веществ в процентах, а на оси ординат соответствующие им значения показателей преломления (n_D или °$В_х$). Полученные точки соединяют.

Градуировочный график строят индивидуально для каждого наименования молочной сыворотки и напитков и проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене средства измерения (рефрактометра).

Зависимость показателя преломления n_D от массовой доли сухих веществ подсырной молочной сыворотки приведена на рисунке 1.

6.4.6 Проведение измерений

Для проведения измерений пользуются стеклянной лабораторной оплавленной палочкой, при помощи которой, не касаясь призмы рефрактометра, наносят на измерительную поверхность рефрактометрической призмы несколько капель анализируемой продукции, при этом вся измерительная поверхность должна быть покрыта слоем продукции. При этом необходимо избегать касания пальцами измерительной поверхности призмы и пробы продукции.

Осветительное окошко верхней призмы направляют в сторону наиболее интенсивного источника света. Необходимо получить резкое отчетливое разграничение светлого и темного фона в поле зрения окуляра рефрактометра. Для этого наводят граничную линию точно на середину пересечения осей в верхнем окне окуляра. Вертикальная линия в нижнем окне окуляра показывает результат измерения на шкале — показатель преломления (n_D или °$В_х$) анализируемой продукции.

После каждого измерения призмы промывают дистиллированной водой и аккуратно промокают фильтровальной бумагой.

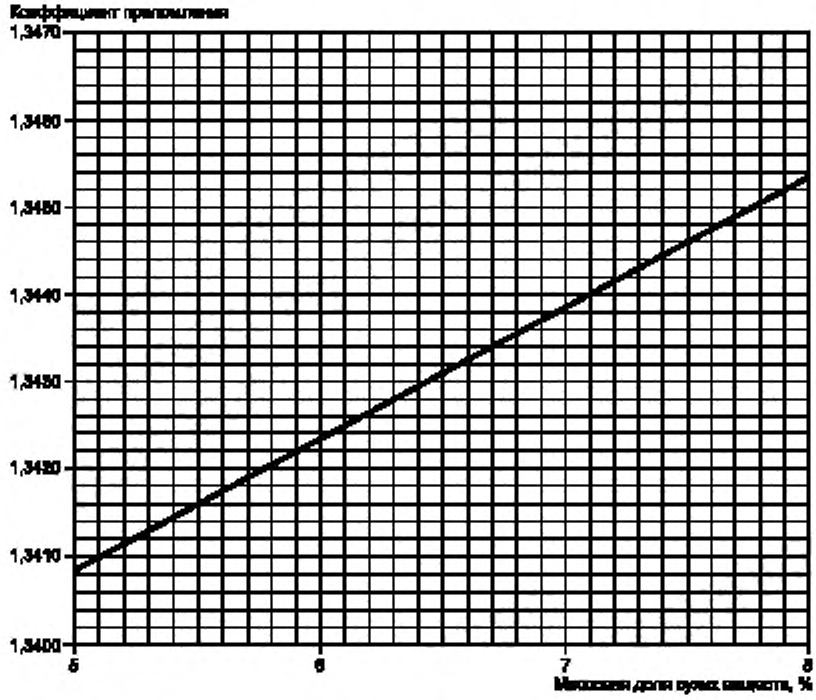

Рисунок 1 — Зависимость показателя преломления от массовой доли сухих веществ подсырной молочной сыворотки

Значение массовой доли сухих веществ находят по градуировочному графику согласно измеренному значению показателя преломления анализируемой пробы продукта.

6.4.7 Обработка результатов измерений

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений показателей преломления в условиях повторяемости.

Предел повторяемости r — разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должен превышать 0,20 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должен превышать 0,24 %.

Границы допускаемой абсолютной погрешности при определении массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют ± 0,22 %.

6.5 Определение плотности и массовой доли сухих веществ

6.5.1 Средства измерения, посуда и материалы

Ареометры по ГОСТ 18481, типа АМ, ценой деления шкалы 0,5 кг/м^3, без термометра или типа АМТ, ценой деления 1,0 кг/м^3, с термометром.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения.

6.5.2 Подготовка к выполнению измерений

Плотность анализируемой пробы определяют при температуре (20,0 ± 0,5) °С. Если температура анализируемой пробы не соответствует указанной, то ее подогревают на водяной бане или охлаждают под струей холодной воды.

Ареометры и стеклянные цилиндры должны быть тщательно вымыты моющими растворами, ополоснуты дистиллированной водой, а остатки влаги удалены фильтровальной бумагой или высушиванием.

После подготовки ареометра к измерению не допускается касаться руками его рабочей поверхности. Ареометр берут за верхнюю часть стержня, свободную от шкалы. Пробу объемом 250 или 500 $см^3$ тщательно перемешивают и осторожно, во избежание образования пены, переливают по стенке в сухой цилиндр, который следует держать в слегка наклонном положении.

6.5.3 Построение градуировочного графика

В анализируемых пробах определяют массовую долю сухих веществ методом высушивания согласно 6.6, а также плотность молочной сыворотки и напитков на ее основе.

Градуировочный график строят по 6—8 результатам измерения указанных показателей. На оси абсцисс градуировочного графика откладывают значения массовой доли сухих веществ в процентах, а на оси ординат соответствующие им значения плотности ($кг/м^3$). Полученные точки соединяют.

Градуировочный график строят индивидуально для каждого наименования молочной сыворотки и напитков на ее основе и проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене средств измерения (ареометров).

6.5.4 Проведение измерений

Цилиндр с анализируемой пробой продукции устанавливают на ровной горизонтальной поверхности и измеряют температуру пробы. Отсчет показаний температуры проводят не ранее, чем через 2—4 мин после помещения термометра в пробу.

Сухой, чистый ареометр опускают медленно в анализируемую пробу, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отметки ареометрической шкалы не останется 3-4 мм. Оставляют ареометр в свободно плавающем состоянии. При этом ареометр не должен касаться стенок цилиндра.

Расположение цилиндра с пробой на горизонтальной поверхности должно быть, по отношению к источнику света, удобным для отсчета показаний по шкале плотности и шкале термометра.

Первый отсчет показаний плотности (ρ_1) проводят визуально со шкалы ареометра через 3 мин после установления его в неподвижном положении. После этого ареометр осторожно приподнимают на высоту до уровня балласта в нем и снова опускают, оставляя его в свободно плавающем состоянии. После установления его в неподвижном состоянии, проводят второй отсчет показаний плотности (ρ_2). При отсчете показаний плотности глаза оператора должны находиться на уровне мениска. Отсчет показаний проводят по верхнему краю мениска.

Расхождение между параллельными измерениями плотности не должно превышать 0,5 $кг/м^3$.

Значение массовой доли сухих веществ находят по градуировочному графику по измеренному значению плотности анализируемой пробы продукта.

6.5.5 Обработка результатов измерений

6.5.5.1 Диапазон измерений плотности молочной сыворотки и напитков на ее основе составляет от 1015 $кг/м^3$ до 1040 $кг/м^3$.

6.5.5.2 За среднее значение показаний ареометра при температуре анализируемой пробы (20,0 ± 0,5) °С принимают среднеарифметическое значение результатов двух показаний ρ_1 и ρ_2, полученных в условиях повторяемости.

Предел повторяемости r — разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должен превышать 0,4 $кг/м^3$.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, — при доверительной вероятности при $P = 0,95$ не должен превышать 0,8 $кг/м^3$.

Границы допускаемой абсолютной погрешности при определении плотности молочной сыворотки при доверительной вероятности при $P = 0,95$ ареометрическим методом составляют ± 0,5 $кг/м^3$.

6.6 Определение массовой доли сухих веществ методом высушивания

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке массовой доли сухих веществ продукции в диапазоне значений от 5,0 % до 15,0 %.

6.6.1 Сущность метода

Метод основан на изменении массы пробы анализируемого продукта под воздействием температуры.

6.6.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 г.

Весы утвержденного типа, проверенные в установленном порядке, пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,2 мг.

Шкаф сушильный электрический без принудительной конвекции (вентиляции) воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (130 ± 5) °С.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры от 50 °С до 1000 °С с отклонением от заданных значений ± 25 °С.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Пипетки 1(2)—1(2)—10 по ГОСТ 29228.

Бюксы лабораторные алюминиевые диаметром 50 мм, высотой 38 мм.

Эксикатор 2—100(140, 190) по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Шпатель.

Сито диаметром отверстий 0,5 и 1,5 мм.

Щипцы тигельные.

Чашка выпарительная 5(6) по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Песок промытый и прокаленный.

Бумага индикаторная универсальная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, безводный, прокаленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, 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.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

6.6.3 Подготовка к выполнению измерений

Песок просеивают на противень через сито с диаметром отверстий 1,5 мм, затем через сито с диаметром отверстий 0,5 мм. В чашку берут ту часть песка, которая осталась на втором сите, и промывают несколько раз питьевой водой до прозрачного слоя над песком. Воду сливают, приливают раствор соляной кислоты до полного покрытия песка и оставляют на 12—14 ч, перемешивают шпателем 3—5 раз.

Соляную кислоту сливают и промывают песок питьевой водой путем декантации до нейтральной реакции (контроль ведут по индикаторной бумаге). Затем песок промывают дистиллированной водой, переносят его в выпарительную чашку, просушивают в сушильном шкафу при температуре (130 ± 5) °С и прокаливают в муфельной печи при температуре не ниже 500 °С до полного удаления органических веществ (через 10 мин после прекращения выделения дыма).

Подготовленный песок хранят в полиэтиленовой посуде с закрытой крышкой.

6.6.4 Проведение измерений

Бюксу с 20—30 г песка, подготовленного по 6.6.3, и стеклянной палочкой, не выступающей за края бюксы, помещают в сушильный шкаф температурой (102 ± 2) °С и выдерживают при данной температуре в течение 30—40 мин. Затем бюксу вынимают из шкафа, помещают в эксикатор, закрывают крышкой, выдерживают 40 мин, затем взвешивают. В бюксу пипеткой отмеряют 10 $см^3$ конкретного продукта и взвешивают. Затем бюксу помещают в сушильный шкаф. Началом сушки считают время достижения температуры (102 ± 2) °С в воздушном пространстве сушильного шкафа.

По истечении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, помещают в эксикатор, закрывают крышкой, охлаждают в течение 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания проводят после высушивания через 1 ч до тех пор, пока разность между последующими взвешиваниями будет равна или менее 0,001 г. При увеличении разности массы берут данные предыдущего взвешивания.

Взвешивание проводят с записью результата в граммах до четвертого десятичного знака.

6.6.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю сухого вещества C, %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{m_0 - m}, \quad (1)$$

где m — масса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г;

m_0 — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и продуктом до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и продуктом после высушивания, г.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, и округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютная разность результатов двух параллельных измерений не превышает предела повторяемости, r = 0,10 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, — при доверительной вероятности P = 0,95 не должен превышать 0,20 %.

Границы абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 0,10 %.

6.7 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки поляриметрическим методом

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на поляриметрическом измерении концентрации лактозы в растворе после осаждения белков специальными реагентами и отделения их фильтрованием.

6.7.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Сахариметр универсальный с международной сахарной шкалой, имеющий поляриметрическую кювету рабочей длиной 400 мм и обеспечивающий измерение в международных сахарных градусах (°S) при длине волны λ=589,3 нм, пределами допускаемой основной погрешности ± 0,05 °S.

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

Часы механические по ГОСТ 3145.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1°С.

Баня водяная с регулируемым обогревом, стабильность поддержания температуры ± 2 °С в диапазоне до 100 °С.

Колба мерная 1(3)—100(200, 500)—1(2) по ГОСТ 1770.

Пипетка 1(2)—1(2)—1(2)—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(2)—25(50, 100, 500)—1(2) по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-1(2)—250—19/26(24/29) по ГОСТ 25336.

Стакан В—1—50(100, 250, 500) ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В—36(75)—80(110)ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные лабораторные оплавленные длиной 10—15 см.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная или концентрированная, раствор массовой долей 60 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, 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.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

6.7.3 Подготовка к выполнению измерений

6.7.3.1 Подготовка сахариметра

Общую подготовку к эксплуатации и эксплуатацию сахариметра проводят согласно инструкции по эксплуатации прибора. Градуировку сахариметра осуществляют при помощи призм с известной оптической активностью.

6.7.3.2 Приготовление водного раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3

В стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают 150,00 г уксуснокислого цинка, добавляют 300 см^3 нагретой до температуры (30 ± 5) °С дистиллированной воды и количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3. В колбу вносят 12,75 см^3 ледяной или 22,5 см^3 концентрированной уксусной кислоты, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте при температуре (20 ± 2) ° С — не более 6 мес.

6.7.3.3 Приготовление водного раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм^3

В стакан вместимостью 250 см^3 взвешивают 75,00 г железистосинеродистого калия, добавляют 200 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры (30 ± 5) °С, и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3; стакан дважды ополаскивают порциями воды по 50 см^3, присоединяя промывные воды к основному раствору, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

6.7.4 Проведение измерений

6.7.4.1 В стакан вместимостью 50 см^3 взвешивают 33,00 г молочной сыворотки. Пробу переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывают стакан 3-4 раза порциями дистиллированной воды по 5—10 см^3. В колбу прибавляют 3 см^3 раствора уксуснокислого цинка, приготовленного по 6.7.3.2, и 3 см^3 раствора железистосинеродистого калия, приготовленного по 6.7.3.3. После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают круговыми движениями во избежание образования пузырьков. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и, спустя 10 мин, фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую коническую колбу вместимостью 250 см^3.

6.7.4.2 Фильтратом, полученным по 6.7.4.1, наполняют поляриметрическую кювету длиной 400 мм. Фильтрат поляризуют без светофильтра, делая не менее пяти отсчетов по шкале сахариметра, прерываясь на 2-3 мин после каждого снятия показаний.

При анализе каждого образца продукции выполняют измерения на двух параллельных пробах, начиная с взятия пробы для анализа.

Среднеарифметическое значение результатов показаний находят по всем показаниям, снятым для двух параллельных проб.

6.7.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю лактозы молочной сыворотки L, %, вычисляют по формуле

$$L = P \cdot 0{,}16 \cdot 3{,}03, \qquad (2)$$

где P — среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, °S;

0,16 — коэффициент пересчета показаний сахариметра в массовую долю лактозы при длине кюветы 400 мм, %/°S;

3,03 — степень разведения молочной сыворотки при приготовлении поляризуемого раствора.

Характеристики погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерений	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Точность (границы абсолютной погрешности), $\pm \Delta$
Массовая доля лактозы в молочной сыворотке	Св. 2,00 до 5,00 включ.	0,19	0,24	0,18

6.8 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки йодометрическим методом

Массовую долю лактозы в молочной сыворотке при массе пробы 10,0 г определяют по ГОСТ 29248 (раздел 5) со следующим дополнением.

Масса пробы молочной сыворотки, соответствующая 25 $см^3$ фильтрата, взятая для титрования, равна 1,0 г.

6.9 Определение массовой доли лактозы молочной сыворотки методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Массовую долю лактозы в молочной сыворотке определяют по [5].

Метод применяют при возникновении разногласий.

6.10 Определение массовой доли хлористого натрия кондуктометрическим методом

Определение массовой доли хлористого натрия в молочной сыворотке проводят по ГОСТ 33569.

6.11 Определение массовой доли сахарозы в напитках на основе молочной сыворотки

Определение массовой доли сахарозы в сладких напитках проводят расчетным путем на основе рецептур, при возникновении разногласий — по ГОСТ 3628.

6.12 Определение активной кислотности в окрашенных напитках на основе молочной сыворотки

Определение активной кислотности окрашенных напитков на основе молочной сыворотки проводят по ГОСТ 32892 (пункт 9.1).

7 Оформление результатов измерений

Результаты измерений при записи в документах представляют в виде

$$(X \pm \Delta) \text{ при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где X — окончательный результат определения;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений.

Численные значения результатов измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции» (принят решением Совета Евразийской Экономической комиссии от 9 октября 2013 г. № 67)

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции» (утвержден решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880)

[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки» (утвержден решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 881)

[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки» (утвержден решением Комиссии Таможенного союза от 16 августа 2011 г. № 769)

[5] СТБ ISO 22662—2011 Молоко и молочные продукты. Определение содержания лактозы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (контрольный метод)

УДК 637.345:006.354 МКС 67.100.99

Ключевые слова: молочная сыворотка, правила приемки, методы отбора проб, подготовка проб, методы контроля, температура, титруемая кислотность, плотность, массовая доля сухих веществ, массовая доля лактозы, массовая доля хлористого натрия, массовая доля сахара, обработка результатов, контроль точности результатов испытаний

Редактор *Н.Н. Оносовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 09.12.2016. Подписано в печать 29.12.2016 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2 32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 41 экз. Зак. 3344

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва. Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru