МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34420— 2018

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методика измерения массовой доли лимонной кислоты и цитратов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 ПОДГОТОВЛЕН Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИМС — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 августа 2018 г. № 474-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34420—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51461—99*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 августа 2018 г. № 474-ст отменен ГОСТ Р 51461—99 с 1 июля 2019 г.

*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, оформление, 2018

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 Методика измерения массовой доли лимонной кислоты и цитратов 2
5 Обработка результатов измерений 7
6 Проверка приемлемости результатов измерений 7
7 Требования безопасности 8
Библиография 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методика измерения массовой доли лимонной кислоты и цитратов

Cheese and processed cheese.
Method of determination of citric acid and citrate content

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сыры и плавленые сыры и устанавливает ферментативный метод определения массовой доли лимонной кислоты и цитратов.

Допускается использование данного метода для контроля молокосодержащих продуктов с заменителем молочного жира, изготовленных по технологии сыра и плавленых сыров.

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 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

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

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4529—78 Реактивы. Цинк хлористый. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19881—74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия

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

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

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

ГОСТ 29169—91(ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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], [2].

4 Методика измерения массовой доли лимонной кислоты и цитратов

4.1 Сущность метода

Методика основана на измерении оптической плотности подготовленной пробы сыра или плавленого сыра после обработки ее цитратлиазой и проведения ферментативного катализа малатдегидрогеназой (МДГ) и лактатдегидрогеназой (ЛДГ) в присутствии никотинамидадениндинуклеотида (НАДН) восстановленной формы, который в результате переходит в окисленную форму. Массовая доля лимонной кислоты и цитратов при этом пропорциональна снижению концентрации НАДН.

4.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда материалы и реактивы

Анализаторы потенциометрические по ГОСТ 19881, типа I, с пределами допускаемого значения основной абсолютной погрешности преобразователя не более ± 0,05 ед. pH.

Баня водяная с обогревом, позволяющая поддерживать температуру от 20 °С до 25 °С, со стойкой для удержания кюветы спектрофотометра в процессе термостатирования погрешностью ± 1 °С.

Спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 340 нм, с шириной полосы пропускания не более 10 нм, оснащенный кюветами длиной оптического пути 1 см, пределом допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания ± 1 %.

Устройство измельчающее с угловой скоростью вращения от 500 до 3000 мин$^{-1}$, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,2, ± 0,02, ± 0,002 г.

Весы утвержденного типа, проверенные в установленном порядке с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 мг.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и пределами допускаемой погрешности ± 1 °С.

Мешалки из полимерных материалов для размешивания смеси непосредст-венно в кювете спектрофотометра.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Воронка типа ВФ-1—75 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1—1(2)—2—5(25,50) по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 1—2—5(10, 25) по ГОСТ 29169.

Дозаторы пипеточные объемом доз 0,02; 0,10; 1,00; 2,00 $см^3$, относительной погрешностью дозирования ± 1 %.

Колбы конические Кн-1—25(100)—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)—2—500(1000) по ГОСТ 1770.

Стаканы Н-1(2)—25(50, 100, 600) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(2)—50(200, 500)—2 по ГОСТ 1770.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, ч.д.а.

Кислота трихлоруксусная, массовой долей основного вещества не менее 98 %, ч.д.а. или х.ч.

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

Цинк хлористый по ГОСТ 4529, ч.д.а.

Глицилглицин, массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, х.ч.

Соль НАДН восстановленная, массовой долей основного вещества не менее 95 %, х.ч.

МДГ, суспензия ферментативной активностью 6000 Е/$см^3$ (код фермента ЕС 1.1.1.37), концентрацией ферментного белка 5 мг/$см^3$.

ЛДГ, суспензия ферментативной активностью 2750 Е/$см^3$ (код фермента ЕС 1.1.1.27), концентрацией ферментного белка 5 мг/$см^3$.

Цитратлиаза ферментативной активностью 200 Е/г (код фермента ЕС 4.1.3.6).

Моногидрат лимонной кислоты по ГОСТ 3652.

Вода дистиллированная ГОСТ 6709, или вода деминерализованная, или вода бидистиллированная (далее — вода).

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

4.3 Отбор проб

4.3.1 Отбор проб — по ГОСТ 26809.2.

4.3.2 Подготовка пробы

Объединенную пробу сыра или плавленого сыра массой не менее 50 г измельчают на измельчающем устройстве и перемешивают. При необходимости измельчают вторично и перемешивают.

При необходимости из плавленого сыра с вкусовыми компонентами (ветчина, фрукты, орехи, пряности и др.) по возможности предварительно удаляют вкусовые компоненты.

Пробу готовят непосредственно перед определением.

4.4 Подготовка к проведению измерений

4.4.1 Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 г/$дм^3$

200,0 г трихлоруксусной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 4517.

4.4.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 5,0 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают от 200 до 250 $см^3$ воды, затем постепенно, не допуская сильного нагрева, вводят 100,0 г гидроокиси натрия и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 90 сут.

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

20,0 г гидроокиси натрия переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 90 сут.

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

2,0 г гидроокиси натрия переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 90 сут.

4.4.5 Приготовление раствора хлористого цинка массовой концентрации 0,80 г/дм^3

0,80 г хлористого цинка переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 30 сут.

4.4.6 Приготовление буферного раствора глицилглицина активной кислотностью 7,8 ед. pH

71,3 г глицилглицина растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в 700 см^3 воды. Активную кислотность раствора устанавливают равной 7,8 ед. pH при температуре 20 °С раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 5,0 моль/дм^3, затем добавляют 100 см^3 раствора хлористого цинка по 4.4.5. Общий объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при температуре от 0 °С до 8 °С не более 30 сут.

4.4.7 Приготовление раствора кислого углекислого натрия

4,0 г кислого углекислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 4517.

4.4.8 Приготовление раствора восстановленной динатриевой соли никотин-амидадениндинуклеотида

0,05 г восстановленной динатриевой соли НАДН и 0,1 г кислого углекислого натрия переносят в коническую колбу вместимостью 25 см^3 и растворяют в 10 см^3 воды.

Раствор хранят при температуре от 0 С° до 8 С° не более 30 сут.

4.4.9 Приготовление раствора сернокислого аммония молярной концентрации 3,2 моль/дм^3

422,4 г сернокислого аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 90 сут.

4.4.10 Приготовление суспензии малатдегидрогеназы/лактатдегидрогеназы

В конической колбе вместимостью 25 см^3 смешивают 1 см^3 суспензии МДГ, 5 см^3 ЛДГ и 4 см^3 раствора сернокислого аммония. Полученная суспензия содержит 600 единиц активности МДГ и 1400 единиц активности ЛДГ в 1 см^3 суспензии.

Раствор хранят при температуре от 0 °С до 8 °С не более 12 мес.

4.4.11 Приготовление раствора цитратлиазы

1,000 г цитратлиазы помещают в коническую колбу вместимостью 25 см^3 и растворяют в 4 см^3 ледяной бидистиллированной воды для получения раствора активностью 40 ед. активности фермента в 1 см^3 раствора.

Раствор хранят при температуре от 0 °С до 8 °С не более 7 сут.

Допускается хранение раствора при температуре минус 20 °С не более 28 сут.

4.4.12 Приготовление контрольного раствора лимонной кислоты

1,600 г моногидрата лимонной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

4.4.13 Проверка качества растворов и настройка спектрофотометра

4.4.13.1 При хранении растворов более 2 нед проводят проверку их качества. Для этого в две мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеряют 5,0 и 10,0 см^3 контрольного раствора лимонной кислоты по 4.4.12, добавляют по 10 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты по 4.4.1, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Массовую долю лимонной кислоты в обоих растворах определяют по 4.5.3—4.7.8.

4.4.13.2 Массовую долю моногидрата лимонной кислоты в контрольном растворе $W_{л.к}$, %, вычисляют по 4.7.10, используя следующие величины:

M = 210,1 г/моль (молярная масса моногидрата лимонной кислоты);

V_5 = 1000 см^3 по 4.4.12;

V_6 = 5,0 и 10,0 см^3 по 4.4.13.1;

V_7 = 100 см^3 по 4.4.13.1.

Значение $W_{л.к}$ для обоих растворов должно быть (100 ± 5) %.

Если результат измерения не находится в данных пределах, следует проверить реактивы, пипетки, спектрофотометр и принять меры для получения необходимого результата.

4.5 Приготовление фильтрата

4.5.1 В стакан измельчающего устройства помещают 1,000 г сыра или плавленого сыра, подготовленного по 4.3.2, добавляют 50 см^3 воды температурой (45 ± 5) °С и измельчают до получения однородной суспензии. Суспензию из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивая стакан водой несколько раз до ее полного удаления. Охлаждают содержимое колбы до температуры 20 °С.

4.5.2 К полученной суспензии приливают 10 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты, доводят объем водой до метки, перемешивают и выдерживают смесь в течение 30 мин. Перед фильтрованием содержимое мерной колбы не перемешивают.

Смесь фильтруют через фильтровальную бумагу, отбрасывая первые 2 см^3 фильтрата.

4.5.3 Отбирают пипеткой 25 см^3 фильтрата в стакан вместимостью 50 см^3, доводят активную кислотность фильтрата до 4,0 ед. pH, приливая раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 по 4.4.3. Затем приливают раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 по 4.4.4 и доводят активную кислотность до 8 ед. pH.

Для контроля активной кислотности используют потенциометрический анализатор.

4.5.4 Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивая стакан водой несколько раз до полного удаления содержимого из стакана, доводят объем водой до метки и перемешивают.

4.5.5 Смесь фильтруют через фильтровальную бумагу, отбрасывая первые 2 см^3 фильтрата.

4.6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха ..... не более 70 %;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа.

4.7 Проведение измерений оптической плотности

4.7.1 Измерения проводят при комнатной температуре буферного раствора глицилглицина и воды.

4.7.2 В кювету спектрофотометра пипеткой наливают растворы, объемы которых должны соответствовать данным, приведенным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование	Объем раствора, см^3		
	при испытаниях фильтрата	при испытаниях контрольного раствора	при нулевом определении
Буферный раствор глицилглицина	1,00	1,00	1,00
Раствор восстановленной динатриевой соли НАДН	0,10	0,10	0,10
Суспензия МДГ/ЛДГ	0,02	0,02	0,02
Фильтрат сыра или плавленого сыра	2,00	—	—
Контрольный раствор лимонной кислоты	—	2,00	—
Фильтрат нулевого определения	—	—	2,00
Примечание — При использовании суспензии с другой активностью ферментов объем суспензии следует пропорционально увеличивать или уменьшать.			

4.7.3 Растворы в кюветах перемешивают пластиковыми мешалками, выдерживают на водяной бане при температуре от 20 °С до 25 °С в течение 5 мин. Затем измеряют оптическую плотность раствора A_0 в каждой кювете относительно воздуха при длине волны 340 нм, используя спектрофотометр.

4.7.4 В кюветы с фильтратами приливают по 0,02 см^3 раствора цитратлиазы по 4.4.11.

4.7.5 Растворы в кюветах перемешивают и выдерживают при температуре не менее 20 °С в течение 10 мин.

При температуре воздуха ниже 20 °С используют водяную баню, позволяющую поддерживать температуру от 20 °С до 25 °С.

4.7.6 Измеряют оптическую плотность раствора A_{10} в каждой кювете относительно воздуха при длине волны 340 нм.

4.7.7 Вычисляют оптическую плотность фильтрата A_s и оптическую плотность для раствора нулевого определения A_r по формулам:

$$A_s = A_{0s} - A_{10s}; \quad (1)$$

$$A_r = A_{0r} - A_{10r}, \quad (2)$$

где A_{0s} — оптическая плотность фильтрата, измеренная перед добавлением цитратлиазы;

A_{10s} — оптическая плотность фильтрата, измеренная после добавления цитратлиазы и выдерживания в течение 10 мин;

A_{0r} — оптическая плотность растворов нулевого определения, измеренная перед добавлением цитратлиазы;

A_{10r} — оптическая плотность растворов нулевого определения, измеренная после добавления цитратлиазы и выдерживания в течение 10 мин.

4.7.8 Если оптическая плотность A_s или A_r превышает 0,800, измерения повторяют по 4.7.1—4.7.6, используя более разбавленные растворы фильтратов. Если разбавления не проводят, то принимают значения V_6=V_7=2 см^3.

4.7.9 Нулевое определение

Нулевое определение проводят дважды. Фильтрат готовят по 4.5.2, используя все реактивы, кроме пробы сыра или плавленого сыра. Измерение оптической плотности проводят по 4.7.6.

4.7.10 Массовую долю безводной лимонной кислоты и цитратов в фильтрате $W_ф$, %, вычисляют по формуле

$$W_ф = \frac{(A_s - A_r)\cdot M}{k\cdot l\cdot m}\cdot\frac{V_1\cdot V_3\cdot V_5}{V_2\cdot V_4}\cdot\frac{V_7}{V_6}\cdot 100, \quad (3)$$

где A_s — оптическая плотность фильтрата;

A_r — оптическая плотность растворов нулевого определения;

M — молярная масса безводной лимонной кислоты, M = 192,1 г/моль;

k — коэффициент молярного поглощения динатриевой соли НАДН при длине волны 340 нм, равный 6,3·10^6 см^2/моль;

l — длина оптического пути кюветы, l =1 см;

m — масса пробы для анализа, г;

V_1 — объем жидкости в кювете спектрофотометра, V_1= 3,14 см^3;

V_3 — объем, до которого доведен фильтрат в процессе установления активной кислотности 8,0 ед. pH по 4.5.4, равный 100 см^3;

V_5 — объем контрольного раствора лимонной кислоты по 4.4.13.1, равный 100 см^3;

V_7 — объем, до которого, при необходимости, разбавлен фильтрат по 4.7.8, см^3;

V_2 — объем фильтрата в кювете спектрофотометра, V_2 = 2,00 см^3;

V_4 — объем фильтрата по 4.5.3, равный 25 см^3;

V_6 — объем фильтрата по 4.7.8, взятого, при необходимости, для разведения, см^3.

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

5 Обработка результатов измерений

5.1 Массовую долю лимонной кислоты и цитратов в продукте W, %, вычисляют по формуле

$$W = W_{\Phi} \cdot \frac{100 - (M_{ж} + M_{б})}{100}, \quad (4)$$

где $M_{ж}$ — массовая доля жира в продукте, %;

$M_{б}$ — массовая доля белка в продукте, %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака. Если массовая доля лимонной кислоты и цитратов менее 1 %, то вычисления проводят до третьего десятичного знака.

5.2 Результаты определения массовой доли лимонной кислоты и цитратов при записи в документах представляют в виде

$$(W \pm \Delta) \text{ при } P = 0{,}95, \quad (5)$$

где W — окончательный результат определения, %,

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %.

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

6 Проверка приемлемости результатов измерений

6.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли лимонной кислоты и цитратов, полученных в условиях повторяемости (n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|W_1 - W_2| \le r, \quad (6)$$

где W_1, W_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли лимонной кислоты и цитратов, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 2, %.

Если условие (6) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

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

6.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли лимонной кислоты и цитратов, полученных в условиях воспроизводимости (m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725−6 (подраздел 5.3).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие:

$$|W'_1 - W'_2| \le R, \quad (7)$$

где W'_1, W'_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли лимонной кислоты и цитратов, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости, %;

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

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.3).

6.3 Метрологические характеристики погрешности и ее составляющих при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерений	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Точность (границы относительной погрешности), $\pm\Delta$
Массовая доля лимонной кислоты и цитратов в сырах и плавленых сырах	От 0,1 до 5,0	5	8	6

7 Требования безопасности

7.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009, оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

7.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие необходимое образование, или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж и освоившие методику в процессе обучения.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 — Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 — О безопасности молока и молочной продукции

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 МКС 67.100.30

Ключевые слова: сыры, сыры плавленые, термины и определения, определение, массовая доля, лимонная кислота, цитраты

БЗ 8—2018/1

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.08.2018. Подписано в печать 28.08.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru