ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 8381—2016

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)

ПРАДУКТЫ ДЗІЦЯЧАГА ХАРЧАВАННЯ НА АСНОВЕ МАЛАКА

Вызначэнне змяшчэння тлушчу. Гравіметрычны метад (кантрольны метад)

(ISO 8381:2008, IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

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 ПОДГОТОВЛЕН ТОО «КазВод-Консалтинг» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 31 августа 2016 г. № 90-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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8381:2008 «Продукты детского питания на основе детского молока. Определение содержания жиров. Гравиметрический метод (контрольный метод)» («Milk-based infant foods — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты», а также Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF). Издается совместно с ISO и IDF.

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 декабря 2017 г. № 92 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 сентября 2018 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Госстандарт, 2018

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Приборы 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка пробы для испытания 3
9 Процедура исследования 4
10 Вычисление и обработка результатов определений 7
11 Прецизионность 7
12 Протокол испытания 8
Приложение А (справочное) Примечания по процедуре испытания 9
Приложение В (справочное) Альтернативная процедура с применением пробирок для экстрагирования жира типа сифона или промывочной бутыли с фитингами 11
Библиография 14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира.
Гравиметрический метод (контрольный метод)

ПРАДУКТЫ ДЗІЦЯЧАГА ХАРЧАВАННЯ НА АСНОВЕ МАЛАКА
Вызначэнне змяшчэння тлушчу.
Гравіметрычны метад (кантрольны метад)

Milk-based infant foods
Determin of fat content
Gravimetric method (Reference method)

Дата введения 2018-09-01

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с их использованием. Пользователь данного стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья персонала и определение обязательных ограничений перед их использованием.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (контрольный) метод определения содержания жиров в продуктах детского питания на основе молока.

Метод распространяется на жидкие, концентрированные и сухие продукты детского питания на основе молока без содержания или с содержанием не более 5 % (на сухой основе) таких добавок, как крахмал, декстрин, овощи, фрукты и мясо.

Примечание — Мальтодекстрины, не содержащие высокомолекулярные декстрины, часто присутствующие в продуктах детского питания, не оказывают влияния на RG-экстракцию даже при их высоком процентном содержании.

Метод не распространяется на продукты, которые полностью не растворяются в аммиаке из-за присутствия в них крахмала или декстрина, массовая доля которых составляет более одного процента, или которые имеют твердые куски. Метод также не распространяется на продукты, которые содержат свободные жирные кислоты в значительных количествах. Результаты испытаний для этих продуктов по данному методу дают погрешности.

Примечание — Для таких продуктов применяется метод, использующий принцип Вейбулла — Бернтропа (см. ISO 8262-1/IDF 124-1 [3]).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 835 Laboratory glassware — Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки мерные градуированные)

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой)

ISO 3889/IDF 219 Milk and milk products — Specification of Mojonnier-type fat extraction flasks (Молоко и молочные продукты. Технические условия на колбы типа Можонье для экстрагирования жира)

ISO 4788 Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders (Посуда лабораторная стеклянная. Цилиндры градуированные мерные)

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание жира в молоке** (fat content of milk): Массовая доля веществ, полученная методом, изложенным в настоящем стандарте.

Примечание — Выражается как массовая доля в процентах.

4 Сущность метода

Аммиачный этанольный раствор пробы образца экстрагируют диэтиловым или петролейным эфиром. Растворители удаляют дистилляцией или выпариванием. Определяют массу экстрагированных веществ.

Примечание — Известен как метод Розе — Готлиба.

5 Реактивы

Используются только реактивы аналитической степени чистоты, если не оговорено иное, и только дистиллированная или деминерализованная вода или вода с эквивалентной степенью чистоты.

Реактивы не должны оставлять существенный осадок, когда определение проводится указанным методом (см. 9.2.2).

5.1 **Раствор аммиака**, содержащий около 25 % (в массовых долях) NH_3 (с плотностью ρ_{20}, равной 910 г/л).

Примечание — Если аммиачного раствора указанной концентрации нет в наличии, можно использовать более концентрированный раствор известной концентрации (см. 9.4.2).

5.2 **Этанол** (C_2H_5OH) или этиловый спирт, денатурированный метанолом, содержащий не менее 94 % этанола в объемных долях (см. А.5 (приложение А)).

5.3 **Раствор конго красного**. Растворяют в воде 1 г конго красного ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл (см. 6.14). Доводят водой до метки.

Примечание — Применение настоящего раствора, позволяющего ясно видеть поверхность раздела между растворителем и водными слоями, является необязательным (см. 9.4.4). Можно использовать другие водные индикаторные растворы при условии, что они не оказывают влияния на результаты определения.

5.4 **Диэтиловый эфир** ($C_2H_5OC_2H_5$) без перекиси (см. А.3 (приложение А)), содержащий не более 2 мг/кг антиоксидантов и соответствующий требованиям для проведения контрольного испытания (см. 9.2.2, А.1 и А.4 (приложение А)).

Предупреждение — Использование диэтилового эфира может привести к возникновению опасных ситуаций. Необходимо соблюдать требования безопасности при обращении, использовании и утилизации данного реактива.

5.5 **Петролейный эфир** с диапазоном кипения от 30 °С до 60 °С или, в качестве эквивалента, **пентан** ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) с точкой кипения 36 °С, соответствующие требованиям для проведения контрольного испытания (см. 9.2.2, А.1 и А.4 (приложение А)).

Рекомендуется использовать пентан, поскольку его качество выше.

5.6 Непосредственно перед использованием смешиваются равные объемы диэтилового эфира (см. 5.4) и петролейного эфира (см. 5.5).

6 Приборы

Предупреждение — Поскольку процесс определения подразумевает использование легкоиспаряющихся и воспламеняющихся растворителей, применяемое электрическое оборудование должно отвечать требованиям нормативных правовых актов по безопасности в отношении рисков, возникающих при использовании таких растворителей.

Применяют следующее лабораторное оборудование:

6.1 **Аналитические весы**, способные взвешивать с точностью до 1 мг и минимальным отсчетом 0,1 мг.

6.2 **Центрифуга**, способная удерживать колбы и пробирки (см. 6.6) для экстрагирования жира, вращаться с частотой от 500 до 600 мин$^{-1}$ и достигать центробежного ускорения от 80 до 90 м/с^2 на наружной стороне колб или пробирок.

Использование центрифуги не является обязательным, но рекомендуется.

6.3 **Аппарат для перегонки и выпаривания**, предназначенный для дистилляции растворителей и этилового спирта из перегонной или конической колбы или для выпаривания из стаканов и чаш (см. 9.4.14) при температуре, не превышающей 100 °С.

6.4 **Сушильный шкаф** электрический, с полностью открытым вентиляционным отверстием (отверстиями), обеспечивающий температуру (102 ± 2) °С во всем рабочем пространстве.

Шкаф должен быть оснащен термометром.

6.5 **Водяные бани**, способные поддерживать температуры от 30°С до 40 °С, от 40 °С до 60 °С, от 60 °С до 70 °С.

6.6 **Колбы для экстрагирования жира типа Можонье** в соответствии с ISO 3889/IDF 219.

Примечание — Также возможно применение пробирок для экстрагирования жира типа сифона или промывочной бутыли с фитингами, но процедура отличается. Альтернативная процедура приведена в приложении В.

Колбы для экстрагирования должны иметь корковые пробки хорошего качества или притертые пробки из другого материала (например, из силиконового каучука или политетрафторэтилена), не подверженные воздействию используемых реактивов. Корковые пробки обрабатываются диэтиловым эфиром (см. 5.4), выдерживаются в воде при температуре не менее 60 °С в течение 15 мин, а затем охлаждаются в воде, чтобы они были насыщенными водой перед использованием.

6.7 **Штатив** для удерживания колб (пробирок) для экстрагирования жиров (см. 6.6).

6.8 **Промывочный бутыль,** пригодный для применения со смешанным растворителем (см. 5.6). Пластмассовые промывочные бутыли не используются.

6.9 **Сосуды для сбора жира**, например: перегонные колбы (плоскодонные) вместимостью от 125 до 250 мл, конические колбы вместимостью 250 мл или металлические чаши. Металлические чаши из нержавеющей стали, с плоским дном, диаметром от 80 до 100 мм и высотой 50 мм.

6.10 **Материал, облегчающий кипение:** обезжиренный непористый фарфор или карбид кремния (необязательный при использовании металлических чашек).

6.11 **Измерительные цилиндры** вместимостью от 5 до 25 мл, соответствующие требованиям класса А по ISO 4788, или любой другой прибор, подходящий для рассматриваемого продукта.

6.12 **Пипетки** градуированные вместимостью 10 мл, соответствующие требованиям класса А по ISO 835.

6.13 **Щипцы** металлические для переноса колб, стаканов или чашек.

6.14 **Мерная колба** с одним делением вместимостью 100 мл, соответствующая требованиям класса А по ISO 1042.

7 Отбор проб

Репрезентативную пробу необходимо направить в лабораторию. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

Отбор проб представлен в ISO 707/IDF 50 [1].

Все жидкие, вязкие или пастообразные лабораторные пробы следует хранить при температуре от 2 °С до 6 °С с момента отбора пробы до начала испытания. Хранят лабораторные пробы в герметично закрытых банках или бутылках в закрытом виде при температуре менее 20 °С до начала испытания.

8 Подготовка пробы для испытания

8.1 Жидкие продукты

Контейнер встряхивают и переворачивают. Контейнер открывают, медленно выливают продукт во второй контейнер с герметичной крышкой. Перемешивают путем повторяющихся переливаний, включают в пробу весь жир или другой компонент, прилипший к стенкам или краям первого контейнера. По возможности продукт переливают полностью во второй контейнер и закрывают его.

При необходимости закрытый контейнер выдерживают на водяной бане (см. 6.5) при температуре от 40 °С до 60 °С. Каждые 15 мин его оттуда извлекают и энергично встряхивают. Через 2 ч контейнер вынимают, обтирают снаружи с помощью обтирочной ткани и дают ему остыть до комнатной температуры. Снимают крышку или колпачок, тщательно перемешивают содержимое с помощью ложки или шпателя. (Если происходит отделение жира, испытание пробы не проводят.) По возможности продукт переливают полностью во второй контейнер и закрывают его.

8.2 Вязкие или пастообразные продукты

Контейнер открывают и тщательно перемешивают содержимое с помощью ложки или шпателя. По возможности совершают вращательные движения вниз-вверх так, чтобы верхние слои контейнера и содержимое в нижних углах контейнера перемещались и перемешивались. Необходимо соблюдать осторожность, чтобы собрать в пробу весь жир или другие компоненты, прилипшие к стенкам или краям первого контейнера. Продукт переносят полностью во второй контейнер с герметичной крышкой и закрывают его.

При необходимости закрытый контейнер выдерживают на водяной бане (см. 6.5) при температуре от 30 °С до 40 °С. Вынимают контейнер, обтирают его снаружи с помощью обтирочной ткани и открывают. Продукт, налипший внутри контейнера, переносят в большую посуду, чтобы обеспечить возможность его тщательного перемешивания, и перемешивают до тех пор, пока вся масса не станет однородной. По возможности продукт переносят полностью во второй контейнер с герметичной крышкой и закрывают его.

8.3 Сухие продукты

Тщательно перемешивают путем повторяющихся вращений и переворачивания контейнера. При необходимости всю пробу переносят в соответствующий герметичный контейнер необходимой вместимости.

9 Процедура исследования

Примечания

1 При необходимости проверки выполнения требований к пределу повторяемости (см. 11.2) проводят два единичных определения в соответствии с 9.1–9.4.

2 Альтернативная процедура с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифонными соединительными деталями или бутыли с фитингами изложена в методике (см. примечание к 6.6), приведенной в приложении В.

9.1 Навеска

В случае вязких, пастообразных или сухих продуктов исследуемую пробу смешивают перемешиванием (см. раздел 8), а в случае жидких продуктов — аккуратно переворачивают контейнер три-четыре раза. Сразу в колбе для экстрагирования жира (см. 6.6) взвешивают навеску пробы от 1,500 до 10,000 г с точностью до 1 мг, соответствующей от 1,0 до 1,5 г сухого вещества. По возможности исследуемую пробу следует полностью перенести в нижний (малый) резервуар экстрактора.

9.2 Контрольные испытания

9.2.1 Контрольное испытание

Проводят контрольное испытание, используя одновременно ту же процедуру и реактивы, но заменив диспергированную навеску (см. 9.4.1) на 10 мл воды (см. А.2 (приложение А)).

Когда одна контрольная проба используется для партии исследуемых проб, в которой отдельные пробы не могут иметь точно такие же условия испытания, необходимо убедиться в том, что процедура для получения значения контрольной пробы, используемой для вычисления результата, точно соответствует процедуре для отдельной исследуемой пробы.

Если значение, полученное при контрольном испытании, превышает 1,0 мг, проверяют реактивы, если ранее этого не было сделано (см. 9.2.2). Поправки более 2,5 мг указывают в протоколе испытаний.

9.2.2 Контрольное испытание для реактивов

Для проверки качества реактивов проводят контрольное испытание в соответствии с 9.2.1. Дополнительно применяют пустой сосуд для сбора жира, приготовленный в соответствии с требованиями 9.3 для контроля массы. Реактивы не должны оставлять осадок более 1,0 мг (см. А.1 (приложение А)).

Если осадок реактива контрольного испытания превышает 1,0 мг, определяют осадок растворителей отдельно путем перегонки 100 мл диэтилового эфира (см. 5.4) и петролейного эфира (см. 5.5) соответственно. Используют пустой сосуд для сбора жира, приготовленный для контрольных целей, как описано в предыдущем параграфе, для получения реальной массы осадка, которая не будет превышать 1,0 мг.

В очень редких случаях растворители могут содержать летучее вещество, которое прочно удерживается в жире. При наличии признаков таких веществ проводят контрольные испытания для всех реактивов и для каждого растворителя, используя сосуд для сбора жира с 1 г безводного молочного жира. При необходимости проводится повторная перегонка растворителей в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Растворители необходимо использовать сразу после повторной перегонки.

При неудовлетворительных результатах анализа проводят замену реактивов или повторную перегонку эфиров.

9.3 Подготовка сосуда для сбора жира

Сосуд для сбора жира (см. 6.9) высушивают в шкафу (см. 6.4) в течение 1 ч при 102 °С, используя вспомогательный материал для кипячения (см. 6.11).

Примечание — Если используются стеклянные сосуды для сбора жира, то желательно использовать вспомогательный материал для обеспечения мягкого кипения при последующем удалении растворителей, а если используется металлическая посуда, то применение вспомогательных средств необязательно.

Сосуд с жиром защищают от пыли и дают ему остыть до температуры помещения, в котором проводится взвешивание (для сосуда — в течение 1 ч, для металлических чашек — в течение 30 мин).

Чтобы избежать недостаточного охлаждения или чрезмерно длительного времени остывания, не следует помещать сосуд с жиром в эксикатор.

Используют щипцы (см. 6.14) для переноса сосуда с жиром на весы. Взвешивают сосуд с точностью до 1,0 мг.

Примечание — Использование щипцов эффективно поможет избежать температурных колебаний.

9.4 Проведение определения

9.4.1 Определение

При необходимости добавляют предварительно нагретую воду при температуре (65 ± 5) °С в навеску в экстрактор (см. 9.1) для получения общего объема 10–11 мл. Используют воду для смывания навески со дна колбы. Аккуратно встряхивают, слегка подогревая на водяной бане (см. 6.5), позволяющей проводить определения при температуре от 40 °С до 60 °С до полного диспергирования навески.

9.4.2 Добавляют 2 мл раствора аммиака (см. 5.1) в диспергированную навеску, находящуюся в экстракторе (см. 9.4.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (см. примечание к 5.1). Тщательно перемешивают с навеской в малой колбе экстрактора.

9.4.3 Нагревают колбу для экстрагирования жира при (65 ± 5) °С на водяной бане (см. 6.5) в течение от 15 до 20 мин, изредка встряхивая (необязательно, если речь идет о жидких продуктах). Охлаждают до комнатной температуры под проточной водой.

9.4.4 Добавляют 10 мл этилового спирта (см. 5.2). Смешивают осторожно, но тщательно, переливая раствор из нижнего резервуара экстрактора в верхний и обратно. Не дают жидкости подходить близко к горлу колбы. При необходимости добавляют две капли раствора конго красного (см. 5.3). Охлаждают до комнатной температуры под проточной водой.

9.4.5 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (см. 5.4). Закрывают экстрактор корковой пробкой, насыщенной водой, или притертой пробкой из другого материала, смоченной водой (см. 6.6). Встряхивают колбу интенсивно, но не слишком сильно в течение 1 мин, не допуская образования устойчивых эмульсий.

При встряхивании удерживают экстрактор в горизонтальном положении и в расположенный выше малый резервуар переливают раствор из большого резервуара в малый и обратно. При необходимости экстрактор охлаждают проточной водой до комнатной температуры. Осторожно извлекают пробку, ополаскивают ее и горло экстрактора небольшим количеством раствора смешанного растворителя по 5.6. Применяют промывочную бутыль (см. 6.8), для того чтобы промывочная вода попала в колбу.

9.4.6 Добавляют 25 см^3 петролейного эфира (см. 5.5). Закрывают экстрактор повторно смоченной (путем погружения в воду) корковой или притертой пробкой. Осторожно перемешивают в течение 30 с в соответствии с 9.4.4. Продолжают встряхивать согласно 9.4.5.

9.4.7 Закрытый экстрактор пропускают через центрифугу от 1 до 5 мин с центробежным ускорением от 80 до 90 м/с. При отсутствии центрифуги (см. 6.2) закрытый экстрактор оставляют в штативе (см. 6.7) на 30 мин до образования четкого отстоявшегося слоя и четкой границы раздела воды и жира. При необходимости экстрактор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры.

9.4.8 Осторожно вынимают пробку, ополаскивают ее и внутреннюю часть горлышка экстрактора небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.6). Применяют промывочный бутыль (см. 6.8), для того чтобы промывочная вода попала в колбу. Если граница раздела находится ниже цилиндрической части экстрактора, осторожно поднимают ее выше этого уровня, добавляя воду по стенке колбы (см. рисунок 1) для облегчения слива растворителя.

Примечание — На рисунках 1 и 2 изображен один из трех типов экстрактора в соответствии с ISO 3889/IDF 219, но это не означает, что предпочтительнее использовать этот тип.

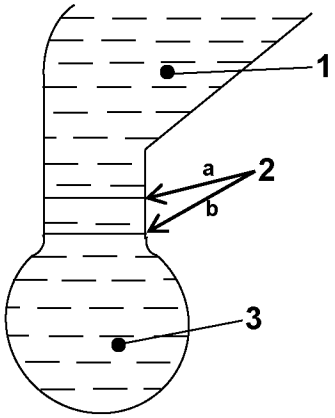
9.4.9 Удерживая экстрактор за малый резервуар, по возможности осторожно переливают большую часть отстоявшегося слоя в подготовленный сосуд для сбора жира по 9.3, содержащий вспомогательный материал для кипения (см. 6.10), если используется перегонная или коническая колба (необязательно при использовании металлических чашек). Не допускают переливания водного слоя (см. рисунок 2).

9.4.10 Промывают внешнюю горловину экстрактора небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.6), не допуская попадания смешанного растворителя на наружную поверхность экстрактора. При необходимости удаляют растворитель или часть его из сосуда для сбора жира перегонкой или выпариванием, как описано в 9.4.14.

9.4.11 Добавляют 5 мл этилового спирта (см. 5.2) к содержимому экстрактора. Используя этиловый спирт, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины экстрактора и перемешивают содержимое по 9.4.4.

9.4.12 Проводят второе экстрагирование, повторяя процедуры, описанные в 9.4.5–9.4.9 включительно. Вместо 25 мл используют только 15 мл диэтилового эфира (см. 5.4) и 15 мл петролейного эфира (см. 5.5). Промывают внутренние стенки горлышка экстрактора диэтиловым эфиром.

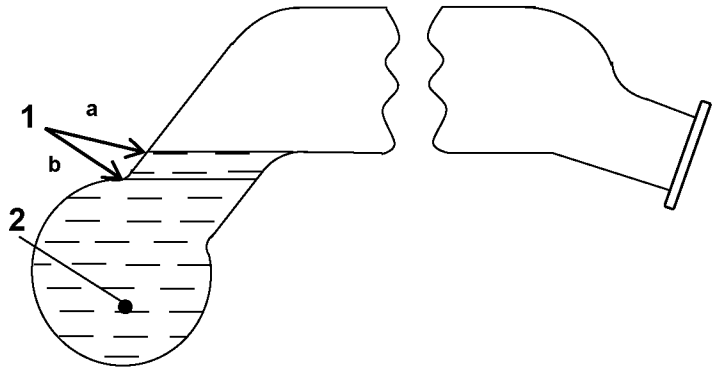
При необходимости поднимают границу раздела до цилиндрической части экстрактора, осторожно добавляя воду по стенке колбы (см. рисунок 1), для того чтобы по возможности полностью слить растворитель (см. рисунок 2).



1 — растворитель; 2 — поверхность раздела; 3 — водный слой

[a] При втором и третьем экстрагировании.
[b] При первом экстрагировании.

Рисунок 1 — До слива



1 — поверхность раздела; 2 — водный слой

[a] При втором и третьем экстрагировании.
[b] При первом экстрагировании.

Рисунок 2 — После слива

9.4.13 Третье экстрагирование проводят в соответствии с 9.4.5–9.4.9, не добавляя этиловый спирт. Вновь используют только 15 мл диэтилового эфира (см. 5.4) и 15 мл петролейного эфира (см. 5.5). Промывают внутренние стенки горлышка экстрактора диэтиловым эфиром.

При необходимости поднимают границу раздела до цилиндрической части экстрактора, осторожно добавляя воду по стенке колбы (см. рисунок 1), для того чтобы по возможности полностью слить растворитель (см. рисунок 2).

Примечание — Для продуктов массовой долей жира менее 5 % (сухое вещество) третье экстрагирование можно не проводить.

9.4.14 Удаляют как можно больше растворителей (включая этиловый спирт) из сосуда для сбора жира перегонкой, если используется перегонная или коническая колба, или выпариванием — при использовании химических стаканов и чашек (см. 6.3). Внутреннюю поверхность горловины конической колбы промывают небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.6) перед началом перегонки.

9.4.15 Сосуд для сбора жира нагревают в течение 1 ч в сушильном шкафу (см. 6.4) при температуре 102 °С, положив на бок перегонную или коническую колбу, чтобы дать возможность парам растворителя улетучиться. Убирают сосуд для сбора жира из шкафа, сразу же проверяют, прозрачен жир или нет. Если жир непрозрачен, предполагается наличие посторонних веществ, в этом случае всю процедуру необходимо повторить. Если жир прозрачный, защищают сосуд с жиром от пыли и дают ему остыть (желательно не в эксикаторе) до температуры помещения, в которой проводилось взвешивание (стеклянный сосуд для сбора жира — в течение 1 ч, металлическая чаша — в течение 30 мин).

Сосуд с жиром непосредственно перед взвешиванием не обсушивают. Для переноса сосуда на весы используют щипцы (см. 6.14). Сосуд взвешивают с точностью до 1,0 мг.

9.4.16 Сосуд для сбора жира нагревают в сушильном шкафу (см. 6.4) при температуре 102 °С еще в течение 30 мин, положив на бок перегонную или коническую колбу, чтобы дать возможность парам растворителя улетучиться. Охлаждают и проводят повторное взвешивание по 9.4.15. При необходимости колбу вновь нагревают и взвешивают до тех пор, пока масса сосуда для сбора жира не уменьшится на 1,0 мг или меньше или не увеличится между двумя последовательными взвешиваниями. Записывают минимальную массу как массу сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества.

10 Вычисление и обработка результатов определений

10.1 Вычисление

Массовую долю жира в пробе w_f, %, вычисляют по формуле

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (1)$$

где m_0 — масса навески продукта, г (см. 9.1);

m_1 — масса сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества, определенная по 9.4.16, г;

m_2 — масса подготовленного сосуда для сбора жира (см. 9.3), г;

m_3 — масса сосуда для сбора жира, используемого в контрольном испытании (см. 9.2), и любого экстрагированного вещества, определенного по 9.4.16, г;

m_4 — масса сосуда для сбора жира (см. 9.3), используемого в контрольном испытании, г (см. 9.2).

10.2 Представление результатов

Результат округляют до значения с двумя знаками после запятой.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности о межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ISO 5725:1986 [1] [2], о степени близости друг к другу независимых результатов при данном методе приводятся в [4].

Значения повторяемости и воспроизводимости выражены при 95%-ном уровне вероятности и не могут применяться для пределов концентрации и матриц, отличных от тех, которые приведены в настоящем стандарте.

---

[1] Для получения точных данных использовался ISO 5725:1986 (в настоящее время заменен).

11.2 Повторяемость

Абсолютное значение разности между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными с использованием одного метода на идентичном исследуемом материале в одной лаборатории с участием одного и того же оператора, применяющего одно и то же оборудование в пределах короткого временного промежутка, не в более чем 5 % случаев окажется выше массовой доли жира на:

a) 0,05 % для жидких продуктов;

b) 0,1 % для продуктов с содержанием жира 5 % и менее;

c) 0,2 % для продуктов с содержанием жира более 5 %.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное значение разности между результатами двух отдельных испытаний, полученными с использованием одного метода в разных лабораториях при участии разных операторов и разного оборудования, не более чем в 5 % случаев окажется выше массовой доли жира на:

a) 0,1 % для жидких продуктов;

b) 0,2 % для продуктов с содержанием жира 5 % и менее;

c) 0,4 % для продуктов с содержанием жира более 5 %.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб;

c) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все данные по испытаниям, не указанные в настоящем стандарте или которые считаются необязательными, вместе с информацией о случаях, которые могли повлиять на результат (ы) испытания;

e) сделанные поправки при получении значения более 2,5 мг в контрольном испытании для метода;

f) полученный (ые) результат (ы) испытания или в случае выполнения проверки в условиях повторяемости окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Примечания по процедуре испытания

А.1 Контрольное испытание для проверки реактивов (см. 9.2.2)

В настоящем контрольном испытании следует использовать сосуд для сбора жира, предназначенный для контроля массы, чтобы изменения атмосферных условий в помещении для взвешивания или температурные воздействия от сосуда для сбора жира не привели к ошибочному предположению о наличии или отсутствии нелетучих веществ в экстракте реагентов. Сосуд для сбора жира может использоваться в качестве уравновешивающего сосуда в случае применения двухчашечных весов. В противном случае следует учитывать отклонения кажущейся массы [($m_3 - m_4$ в формуле (1)] сосуда для сбора жира, используемого для контроля, при проверке массы сосуда с жиром, используемого для контрольного испытания. Следовательно, изменения в кажущейся массе сосуда для сбора жира, скорректированные на кажущиеся изменения по массе сосуда с жиром, предназначенного для контроля, не должны показывать изменение массы более чем на 1,0 мг.

В редких случаях растворители могут содержать летучие вещества, которые прочно удерживаются в жире. При наличии признаков таких веществ проводят контрольные испытания на всех реактивах и для каждого растворителя, используя сосуд для сбора жира, содержащего около 1 г безводного молочного жира. При необходимости растворители подвергаются повторной перегонке в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Растворители используют только сразу же после повторной перегонки.

А.2 Контрольное испытание, выполняемое параллельно с определением (см. 9.2.1)

Значение, полученное в ходе контрольного испытания, выполненного параллельно с определением, требует корректировки кажущейся массы веществ, экстрагированных из навески пробы ($m_1 - m_2$), на наличие тех или иных летучих веществ, полученных из реактивов, а также на любое изменение атмосферных условий в помещении, где проводится взвешивание, и разницу между температурой сосуда для сбора жидкости и температурой помещения, где проводят взвешивание, в рамках двух взвешиваний (см. 9.4.16 и 9.3).

В благоприятных условиях (при низком значении контрольного испытания для реактивов, постоянной температуре в помещении для взвешивания, достаточном периоде охлаждения для сосуда с жиром) значение, как правило, будет менее 1,0 мг, и им можно пренебречь в расчетах при повседневных определениях. Немного превышающие значения (положительные и отрицательные) до 2,5 мг также часто встречаются. После корректировки на данные значения будут получены более точные результаты. Если проводятся корректировки на значение выше 2,5 мг, этот факт следует указать в протоколе испытания (см. раздел 12).

Если значение, полученное в данном контрольном испытании, систематически превышает 1,0 мг, реактивы следует проверить, если ранее это не было сделано. Любой нечистый реактив или реактивы необходимо заменить или очистить (см. 9.2.2 и А.1).

А.3 Испытание на наличие перекиси

Для проведения испытания на наличие перекиси смешивают 1 мл свежеприготовленного 100 г/л раствора йодида калия с 10 мл диэтилового эфира (см. 5.4) в небольшом цилиндре с притертой пробкой, который предварительно промывают эфиром. Встряхивают цилиндр и дают постоять в течение 1 мин. В слое диэтилового эфира не должен наблюдаться желтый цвет.

Допускается применение других соответствующих методов испытаний на наличие перекиси.

Для того чтобы убедиться, что в диэтиловом эфире нет перекисей, его обрабатывают не позднее чем за 3 дня до его применения следующим образом:

- цинковую фольгу нарезают на полоски, которые доходят до половины бутылки, содержащей диэтиловый эфир, используя приблизительно 8 000 мм^2 фольги на один литр диэтилового эфира;
- перед использованием полоски фольги полностью погружают на 1 мин в раствор, содержащий 10 г пентагидрата сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и 2 мл концентрированной (массовая доля 98 %) серной кислоты на литр. Осторожно, но тщательно промывают полоски водой, помещают смоченные полоски, покрытые медью, в бутылку, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют полоски в ней.

Можно использовать другие методы при условии, если они не повлияют на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

Диэтиловый эфир с содержанием около 1 мг антиоксидантов на килограмм имеется в наличии в некоторых странах, особенно для определения жира. Такое содержание не исключает его использование для контрольных целей.

В других странах имеется диэтиловый эфир с более высоким содержанием антиоксидантов, например до 7 мг/кг. Такой эфир используют только для повседневных определений с обязательным контрольным испытанием, которое проводится одновременно с определениями для корректировки систематической погрешности, возникающей из-за наличия осадка антиоксиданта. Для контрольных целей такой диэтиловый эфир всегда следует подвергать повторной перегонке перед использованием.

А.5 Этиловый спирт

Можно использовать этиловый спирт, денатурированный иначе, чем просто добавлением метилового спирта, при условии, что денатурат не повлияет на результат определения.

Приложение В
(справочное)

Альтернативная процедура с применением пробирок для экстрагирования жира типа сифона или промывочной бутыли с фитингами

В.1 Общие положения

При использовании пробирок для экстрагирования жира с сифонными соединительными деталями или бутыли с фитингами должна применяться методика, описанная в настоящем приложении (см. рисунок А.1 (приложение А)). Пробирки должны иметь корковые или притертые пробки в соответствии с 6.6 (в качестве примера см. рисунок В.1).

В.2 Процедура

В.2.1 Подготовка проб

См. раздел 8.

В.2.2 Навеска для испытаний

По 9.1, но с использованием пробирок для экстрагирования жира толщиной стенок (см. примечание к 6.6 и рисунок В.1). По возможности навеску необходимо полностью перенести на дно экстракционной пробирки.

В.2.3 Контрольная проба

См. 9.2 и А.2 (приложение А).

В.2.4 Подготовка колбы для сбора жира

См. 9.3.

В.2.5 Проведение определения

В.2.5.1 Определение следует проводить незамедлительно.

При необходимости добавляют предварительно нагретую воду до температуры (65 ± 5) °С в навеску, находящуюся в экстракционной пробирке (см. В.2.2), для получения общего объема от 10 до 11 мл. Применяют воду для смывания навески на дне пробирки. Осторожно встряхивают, слегка подогревая на водяной бане (см. 6.5), позволяющей проводить определения при температуре от 40 °С до 60 °С до полного диспергирования навески.

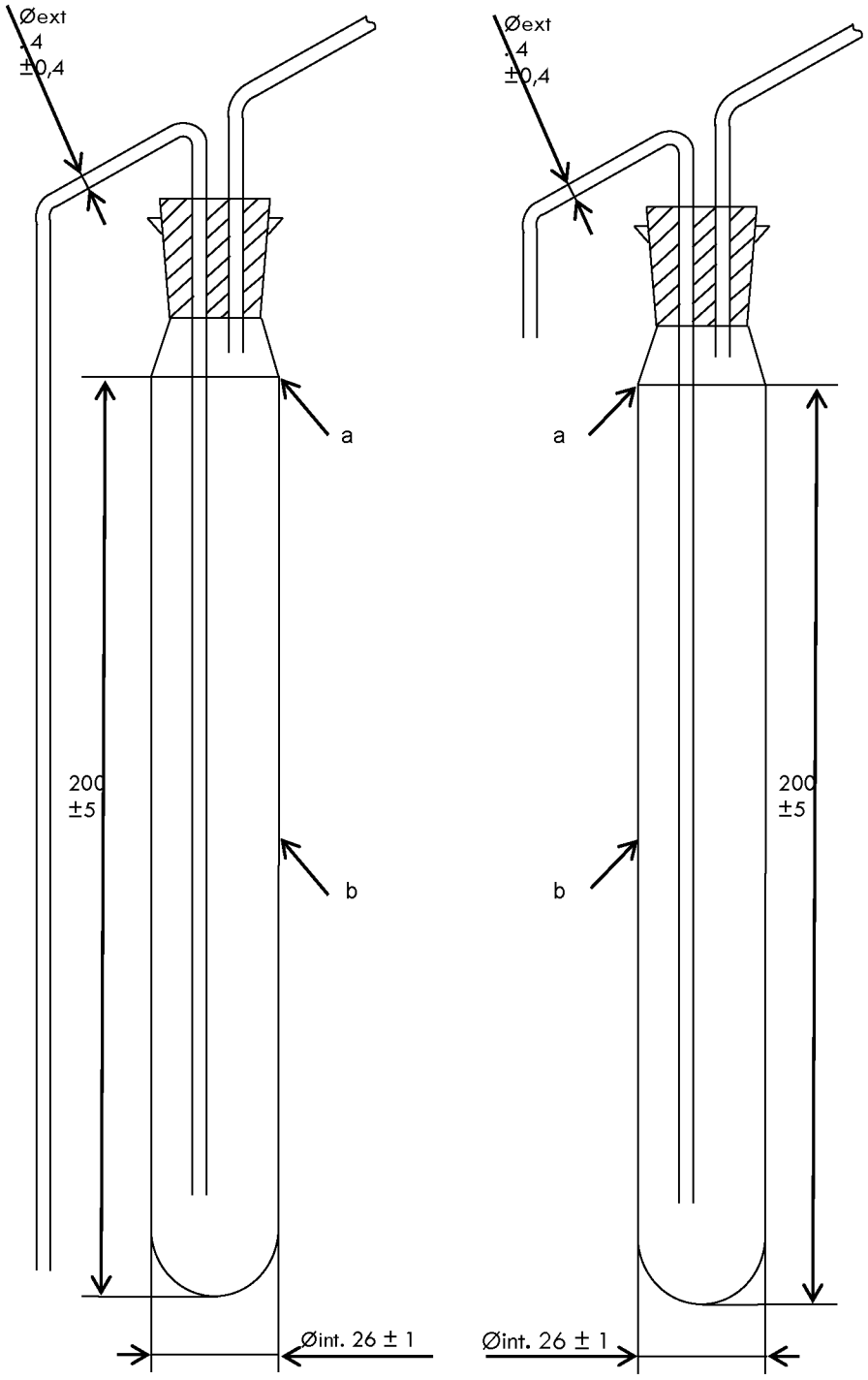
В.2.5.2 Добавляют 2 мл аммиачного раствора (см. 5.1) в навеску, находящуюся в экстракционной пробирке (см. В.2.5.1), или эквивалентный объем более концентрированного аммиачного раствора (см. примечание к 5.1). Тщательно перемешивают с предварительно нагретой навеской на дне экстракционной пробирки.

В.2.5.3 Нагревают пробирку при (65 ± 5) °С на водяной бане (см. 6.5) от 15 до 20 мин, периодически встряхивая (необязательно, если речь идет о жидких продуктах). Охлаждают до комнатной температуры в проточной воде.

В.2.5.4 Добавляют 10 мл этилового спирта (см. 5.2). Смешивают осторожно, но тщательно со смесью, находящейся на дне экстракционной пробирки. При необходимости добавляют две капли раствора конго красного (см. 5.3).

В.2.5.5 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (см. 5.4). Закрывают экстракционную пробирку корковой пробкой, предварительно смоченной водой, или притертой пробкой из другого материала, смоченной водой (см. 6.6). Встряхивают колбу интенсивно, но не чрезмерно в течение 1 мин, не допуская образования устойчивых эмульсий. При необходимости пробирку охлаждают в проточной воде. Осторожно извлекают пробку, ополаскивают ее и горло пробирки небольшим количеством раствора смешенного растворителя (см. 5.6). Используют промывочный бутыль (см. 6.8), чтобы промывочная вода стекала в колбу.

В.2.5.6 Добавляют 25 мл петролейного эфира (см. 5.5), закрывают пробирку повторно пробкой, смоченной водой (погружением в воду), и осторожно встряхивают пробирку в течение 30 с, как установлено в В.2.5.5.



а) С соединительными частями сифона

б) С соединительными частями промывочного типа

a — объем на этом уровне с фитингами перемещен на (105 ± 5) см^3; b — толщина стенки (1,5 ± 0,5) мм

Рисунок В.1 — Примеры экстракционных пробирок

В.2.5.7 Закрытый экстрактор центрифугируют от 1 до 5 мин с центробежным ускорением от 80 до 90 м/с^2. При отсутствии центрифуги (см. 6.2) закрытую пробирку оставляют в штативе (см. 6.7) на 30 мин до образования четкой границы раздела воды и жира и четкого отделения от водного слоя. При необходимости пробирку охлаждают в проточной воде до комнатной температуры.

В.2.5.8 Осторожно вынимают пробку, ополаскивают ее и горлышко экстракционной пробирки небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.6). Применяют промывочную бутыль (см. 6.8) так, чтобы промывочная вода стекала в колбу.

В.2.5.9 Вставляют в пробирку устройство типа сифона или промывочной бутыли так, чтобы конец длинной трубки находился приблизительно на 4 мм выше границы раздела между слоями. Трубки устройства должны проходить параллельно оси экстракционной пробирки.

Не допуская попадания водного слоя, осторожно переносят отстоявшийся слой жидкости из пробирки в сосуд для сбора жира (см. 9.3), содержащий несколько кусочков вспомогательного материала для кипения, при использовании перегонной или конической колбы (не обязательно при использовании металлических чашек). Избегают переноса водного слоя. Ополаскивают трубку, через которую переносили жидкость, небольшим количеством смешанного растворителя, собирая промывочную воду в сосуд с жиром.

Примечание — Отстоявшийся слой можно перенести из экстракционной пробирки, используя, например, резиновую грушу, прикрепленную к короткому стержню для оказания давления.

В.2.5.10 Вынимают соединительные части из горловины пробирки. Ополаскивают их и нижний конец длинной внутренней части приспособления небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.6). Заново вставляют соединительные части и переливают промывочную воду в сосуд с жиром.

Промывают выходное отверстие соединительной части небольшим количеством смешанного растворителя, собирая ополоски в сосуд с жиром. При необходимости удаляют растворитель или его часть из экстракционной пробирки перегонкой или выпариванием, как указано в 9.4.14.

В.2.5.11 Вновь вынимают соединительные части из горловины пробирки. Слегка приподнимают соединительную часть и добавляют 5 мл этилового спирта в содержимое экстракционной пробирки. Используют этиловый спирт для ополаскивания длинной внутренней части приспособления. Смешивают в соответствии с В.2.5.4.

В.2.5.12 Проводят второе экстрагирование, повторяя процедуры, описанные в В.2.5.5–В.2.5.10. Вместо 25 мл используют только 15 мл диэтилового эфира (см. 5.4) и 15 мл петролейного эфира (см. 5.5). Ополаскивают длинную внутреннюю часть приспособления диэтиловым эфиром во время извлечения приспособления из экстракционной пробирки после предыдущего экстрагирования.

В.2.5.13 Проводят третье экстрагирование без добавления этилового спирта, снова повторяя процедуры, описанные в В.2.5.5–В.2.5.10. И снова вместо 25 мл используют только 15 мл диэтилового эфира и 15 мл петролейного эфира. Ополаскивают длинную внутреннюю часть приспособления диэтиловым эфиром, как описано в В.2.5.12.

Примечание — Для продуктов с массовой долей жира менее 5 % (сухое вещество) третье экстрагирование можно не проводить.

В.2.5.14 Далее определения проводят по 9.4.14–9.4.16.

Библиография

[1] ISO 707/IDF 50 — Milk and milk products — Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] ISO 5725:1986 [1)] — Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
(Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

[3] ISO 8262-1/IDF 124-1 — Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 1: Infant foods
(Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бернтропа (контрольный метод). Часть 1. Продукты детского питания)

[4] INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Interlaboratory collaborative studies, Second series. *Bull. Int. Dairy Fed.* 1988, (235)
(Международная федерация предприятий молочной промышленности. Совместные межлабораторные исследования)

[1)] Заменен.

УДК 637.144:637.041:543.557:637.071:071:543:006.354(574) МКС 67.100.99 IDT
Ключевые слова: продукты детского питания на основе молока, сухое вещество, содержание жира, экстрагирование, раствор, реактив, сосуд для экстрагирования жиров, испарение

Ответственный за выпуск *О. В. Каранкевич*

Сдано в набор 28.03.2018. Подписано в печать 11.04.2018. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,44 Уч.-изд. л. 1,12 Тираж 2 экз. Заказ 454

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru