ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 8262-1—2016

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бернтропа (контрольный метод)

Часть 1

Продукты детского питания

ПРАДУКТЫ МАЛОЧНЫЯ І ХАРЧОВЫЯ ПРАДУКТЫ НА АСНОВЕ МАЛАКА

Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам Вейбулла — Бернтропа (кантрольны метад)

Частка 1

Прадукты дзіцячага харчавання

(ISO 8262-1:2005, 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 (протокол от 31 августа 2016 г. № 90-П)

За принятие стандарта 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

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8262-1:2005 «Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бернтропа (контрольный метод). Часть 1. Продукты для детского питания» («Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 1: Infant foods», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом SC «Молоко и молочные продукты» технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO), а также Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бернтропа (контрольный метод)
Часть 1
Продукты детского питания

ПРАДУКТЫ МАЛОЧНЫЯ І ХАРЧОВЫЯ ПРАДУКТЫ НА АСНОВЕ МАЛАКА
Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам Вейбулла — Бернтропа (кантрольны метад)
Частка 1
Прадукты дзіцячага харчавання

Milk products and milk-based foods
Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method
(Reference method)
Part 1
Infant foods

Дата введения 2018-09-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания жира в продуктах детского питания на основе молока и других типах продуктов детского питания, содержащих более 5 % (массовой доли сухого вещества) крахмала или декстрина либо овощей, фруктов, мяса и т. д.

Настоящий метод также применим в том случае, если продукт содержит значительные количества свободных жирных кислот или если в продукте присутствуют твердые частицы, которые не полностью растворимы в аммиаке.

Примечание — Другие пищевые продукты детского питания на основе молока могут исследоваться по методу, предусматривающему использование принципа Розе — Готлиба, приведенного в ISO 8381. Мальтодекстрины, не содержащие высокомолекулярные декстрины, часто присутствующие в продуктах детского питания, не оказывают влияния на RG-экстракцию даже при их высоком процентном содержании.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 707 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб)

ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

ISO 8381 Milk-based infant foods — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Продукты детского питания на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание жира** (fat content): Массовая доля веществ, определяемая методом, изложенным в настоящем стандарте.

Примечание — Выражается как массовая доля в процентах.

Издание официальное

4 Сущность метода

Пробу гидролизуют разбавленной соляной кислотой при кипении. Фильтруют горячий гидролизат через влажный бумажный фильтр для удерживания жирных веществ. Затем жир экстрагируют с высушенного бумажного фильтра *n*-гексаном или петролейным эфиром. Растворитель удаляют дистилляцией или выпариванием, а экстрагированные вещества взвешивают (настоящий метод известен как принцип Вейбулла — Бернтропа).

5 Реактивы и материалы

5.1 Применяются только реактивы признанной аналитической чистоты, не оставляющие заметного осадка при проведении измерения по указанному методу. Используется дистиллированная или деионизированная вода или вода как минимум с эквивалентной степенью чистоты.

5.2 **Раствор соляной кислоты**, содержащий 20 % (в массовых долях) HCl, с плотностью ρ_{20}, равной 1,10 г/мл.

100 мл концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/мл) разводят в 100 мл воды и перемешивают.

5.3 **Экстракционный растворитель** безводный: *n*-гексан или петролейный эфир с диапазоном температуры кипения от 30 °С до 60 °С.

Для проверки качества экстракционного растворителя перегоняют 100 мл растворителя из колбы для экстрагирования (см. 6.4), подготовленной в соответствии с 8.4. Для проверки массы используют пустую колбу для экстрагирования, подготовленную аналогичным образом (см. 10.1). Осадок от растворителя не должен быть более 1,0 мг.

Необходимо заменить или дистиллировать растворитель, если он не соответствует данным требованиям.

5.4 **Фильтровальная бумага** диаметром 150 мм, гофрированная, средней плотности, обезжиренная.

Для проверки качества фильтровальной бумаги необходимо провести контрольное испытание в соответствии с 8.3, используя растворитель, отвечающий требованиям 5.3. Для проверки массы (см. 10.1) применяют пустую колбу для экстрагирования (см. 6.4), подготовленную в соответствии с 8.4. Бумага не должна оставлять осадок в количестве более 2,5 мг. Фильтровальную бумагу, не отвечающую данным требованиям, заменяют.

5.5 **Бумага лакмусовая голубая**.

5.6 **Диатомит по 8.5.3.**

5.7 **Очищенная лактоза по 8.5.3.**

5.8 **Вата хлопковая**, обезжиренная в растворителе (см. 5.3) в течение 1,5 ч и высушенная.

6 Приборы

Предупреждение — Вследствие того, что данный метод включает использование легковоспламеняемых растворителей, применяемое электрическое оборудование должно соответствовать нормам безопасности при использовании таких растворителей.

При испытаниях применяется следующее лабораторное оборудование

6.1 Аналитические весы

6.2 **Гомогенизатор** для обеспечения однородности лабораторной пробы, применяемый по мере необходимости. Например, при необходимости используется измельчитель для пищевых продуктов или высокоскоростной блендер вместимостью 1 л, снабженный крышкой.

6.3 **Установка для экстрагирования** непрерывного или полунепрерывного действия. Например, установка по типу Сокслета, состоящая из колбы для экстрагирования (короткогорлой с плоским дном) вместимостью 150 мл, экстрактора с объемом сифонирования от 40 до 60 мл и эффективного обратного холодильника, снабженного трубкой для сушки или пробкой из хлопковой ваты.

6.4 **Колбы для экстрагирования** вместимостью 150 мл с плоским дном и короткогорлые.

6.5 **Гильзы для экстрагирования**, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия или политетрафтороэтилена (PTFE), не оставляющие значительного осадка в ходе контрольного испытания, или изготовленные из целлюлозы, однослойные, с внутренним диаметром 22 мм и внешней длиной 80 мм для применения в установке для экстрагирования (см. 6.3).

6.6 **Баня водяная**, обеспечивающая поддержание температуры от 40 °С до 60 °С и от 30 °С до 40 °С.

6.7 **Нагревательный прибор для экстракционной установки**. Например, применяют водяную баню, песчаную ванну или электрическую плитку.

6.8 **Материал, облегчающий кипение**, **обезжиренный**: стеклянные шарики или куски нехрупкого непористого фарфора или карбида кремния.

6.9 **Коническая колба** вместимостью 250 мл, снабженная обратным холодильником, предпочтительно типа Либиха.

6.10 **Нагревательный прибор** для нагревания конической колбы, снабженной холодильником. Например, применяют проволочную сетку или газовую горелку, электрическую плитку или песчаную ванну.

6.11 **Фильтр-воронка** для использования с гофрированной фильтровальной бумагой (см. 5.4).

6.12 **Стаканы** с носиком вместимостью 100 и 250 мл для аккуратного перегона растворителя из колб при температуре не выше 100 °С.

6.13 **Сушильный шкаф** с электрическим нагревом и полностью открытым (и) вентиляционным (и) отверстием (ями), обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С по всему рабочему участку. Шкаф должен иметь соответствующий термометр.

6.14 **Мерные цилиндры** вместимостью 50, 100 и 250 мл.

6.15 **Щипцы**, изготовленные из металла и подходящие для удерживания колб или стаканов.

6.16 **Пинцеты** с плоскими концами для удерживания фильтровальной бумаги и гильз.

7 Отбор проб

Испытываемый образец следует направить в лабораторию. Образец не должен повреждаться или изменяться во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не входит в настоящий стандарт. Рекомендуемый метод отбора проб представлен в ISO 707/IDF50.

Все жидкие, вязкие или пастообразные лабораторные пробы следует хранить при температуре от 2 °С до 4 °С с момента отбора пробы до момента начала процедуры испытания. В герметично закрытых банках или бутылках их хранят при температуре ниже 20 °С.

8 Проведение испытаний

8.1 Подготовка пробы для испытания

8.1.1 Жидкие продукты

Контейнер взбалтывают и переворачивают. Открывают контейнер, медленно выливают продукт во второй контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой) и перемешивают путем повторяющихся переливаний, включают в пробу весь жир или другой компонент, прилипший к стенкам или краям первого контейнера.

Если продукт все еще содержит комки или куски составных ингредиентов, его гомогенизируют в соответствующем гомогенизаторе (см. 6.2). В конце по возможности полностью переливают продукт во второй контейнер. Закрывают данный контейнер.

При необходимости закрытый контейнер выдерживают в водяной бане (см. 6.6) при температуре 40 °С – 60 °С. Каждые 15 мин его оттуда извлекают и энергично встряхивают. Через 2 ч контейнер вынимают, высушивают снаружи с помощью 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). Продукт переливают, по возможности полностью, во второй контейнер. Закрывают данный контейнер.

8.1.2 Вязкие или пастообразные продукты

Контейнер открывают и тщательно перемешивают содержимое с помощью ложки или шпателя. По возможности совершают возвратно-поступательные вращательные движения так, чтобы верхние слои контейнера и содержимое в нижних углах контейнера перемещались и перемешивались. Соблюдают осторожность, чтобы собрать в пробу весь жир или другой компонент, прилипший к стенкам или краям контейнера. Если продукт все еще содержит комки или куски составных ингредиентов, его гомогенизируют в соответствующем гомогенизаторе (см. 6.2). В конце по возможности полностью переносят продукт во второй контейнер, снабженный воздухонепроницаемой крышкой.

Закрывают данный контейнер.

При необходимости закрытый контейнер выдерживают в водяной бане (см. 6.6) при температуре от 30 °С до 40 °С. Вынимают контейнер, высушивают его снаружи с помощью ткани и открывают. Соскабливают весь продукт, прилипший к внутренней поверхности контейнера, переносят его в фарфоровую чашку, достаточно большую, чтобы обеспечить возможность его тщательного перемешивания, и перемешивают до тех пор, пока вся масса не станет однородной. По возможности полностью продукт переносят во второй контейнер, как было рассмотрено выше. Закрывают данный контейнер.

8.1.3 Сухие продукты

Тщательно перемешивают путем повторяющихся вращений и переворачиваний контейнера. При необходимости переносят лабораторную пробу в пригодный воздухонепроницаемый контейнер подходящей вместимости, позволяющей выполнить эту операцию.

Если продукт все еще содержит комки или куски ингредиентов, его гомогенизируют в соответствующем гомогенизаторе (см. 6.2).

8.2 Проба для испытания

Исследуемую пробу (см. раздел 7) смешивают, помешивая (в случае вязких, пастообразных или сухих продуктов) или аккуратно перевернув контейнер три или четыре раза (в случае жидких продуктов), и сразу же взвешивают с точностью до 1 мг напрямую или по разнице в конической колбе (см. 6.9) от 3 до 20 г пробы для испытания, соответствующей от 3,0 до 3,5 г сухого вещества. Проба для испытания не должна содержать более 1,0 г жира; для соблюдения данного требования может возникнуть необходимость взять меньшую пробу для испытания.

Исследуемую пробу следует по возможности полностью перенести на дно конической колбы (см. 6.9).

8.3 Контрольное испытание

Проводят контрольное испытание параллельно с измерением по такой же процедуре и с использованием таких же реактивов, но заменяя раствор анализируемой пробы (см. 8.5.1) на 25 мл воды (см. 10.2).

8.4 Подготовка колбы для экстрагирования

Колбу (см. 6.9) вместе с материалом, облегчающим кипение, высушивают в сушильном шкафу (см. 6.13) при заданной температуре 102 °С в течение 1 ч для обеспечения плавного кипения во время экстрагирования и последующего удаления растворителя.

Дают колбе остыть (обеспечив защиту от загрязнений) в течение не менее 0,5 ч до комнатной температуры, в которой будут проводить взвешивание.

Во избежание недостаточного охлаждения или переохлаждения колбу не следует помещать в эксикатор.

Чтобы избежать температурных колебаний, при помещении колбы на весы (см. 6.1) следует использовать щипцы (см. 6.15), взвешивание выполняют с точностью до 0,1 мг.

8.5 Проведение измерения

8.5.1 К исследуемой пробе (см. раздел 7) добавляют воду температурой 30 °С до получения общего объема 25 мл (для того чтобы получить раствор соляной кислоты концентрацией 4 мл/л в 8.5.2) и аккуратно встряхивают.

Примечание — Улучшение процесса фильтрации с добавлением лактозы см. в примечании к 8.5.3.

8.5.2 Добавляют 50 мл соляной кислоты (5.2) к раствору исследуемой пробы, омывая при этом стенки конической колбы, и аккуратно перемешивают вращательными движениями. Колбу соединяют с обратным холодильником, нагревают колбу до тех пор, пока ее содержимое не начнет кипеть. Пробу кипятят в течение 30 мин, аккуратно помешивая вращательными движениями.

8.5.3 Промывают внутреннюю поверхность холодильника 75 мл горячей воды из общего объема горячей воды 150 мл (как минимум 80 °С), отсоединяют коническую колбу от холодильника и добавляют оставшуюся часть горячей воды в колбу так, чтобы ополоснуть внутреннюю поверхность ее горла и стенки. При необходимости добавляют 1 г диатомита (см. 5.6) или около 100 $см^2$ обезжиренной фильтровальной бумаги, измельченной на куски, с тем чтобы обеспечить быструю фильтрацию. Это особенно рекомендуется в случае низкого содержания нежирных твердых веществ.

Примечание — Процесс фильтрации можно улучшить, добавив 1 г очищенной лактозы (см. 5.7) к раствору исследуемой пробы в 8.5.1.

8.5.4 Содержимое колбы немедленно фильтруют через гофрированный бумажный фильтр (см. 5.4), помещенный в воронку (см. 6.11) и полностью смоченный горячей водой, направляя струю по стеклянной палочке. Колбу тщательно ополаскивают горячей водой три раза, количественно перенося смывы с помощью стеклянной палочки на фильтровальную бумагу. В конце фильтр промывают не менее трех раз горячей водой до тех пор, пока смывной раствор не будет содержать соляной кислоты, что определяют с помощью лакмусовой бумажки (см. 5.5). Всего используют не более 400 мл воды. Фильтр высушивают, дав хорошо стечь воде.

8.5.5 С помощью пинцета (см. 6.16) фильтр снимают с воронки и помещают в экстракционную гильзу (см. 6.5) так, чтобы верхний край фильтра находился как минимум на 20 мм ниже края гильзы. Гильзу помещают в стакан вместимостью 100 мл (см. 6.12).

8.5.6 Стакан с содержимым и коническую колбу со стеклянной палочкой нагревают в сушильном шкафу (см. 6.13) при температуре 102 °С в течение 1 ч, чтобы их тщательно высушить. Стакан, колбу и стеклянную палочку вынимают из шкафа и дают им остыть.

Фильтровальная бумага должна быть тщательным образом высушена, поскольку в противном случае жир не будет полностью экстрагироваться. В случае очень влажной фильтровальной бумаги и экстрактора непрерывного действия капли воды водорастворимых соединений могут попасть в экстракт, что приведет к окраске в темный цвет экстракта и к получению завышенных значений содержания жира.

8.5.7 Удерживая экстракционную гильзу пинцетом (см. 6.16), неплотно закупоривают ее пробкой из обезжиренной хлопковой ваты (см. 5.8) и затем помещают в экстрактор. Мерным цилиндром отмеряют 100 мл *n*-гексана или петролейного эфира (см. 5.3). Частью растворителя промывают кончики пинцета, внутреннюю поверхность стакана и коническую колбу со стеклянной палочкой, собирая смывы в подготовленную колбу для экстрагирования (см. 6.4). Остаток растворителя добавляют в колбу для экстрагирования, ополаскивая внутреннюю поверхность горлышка колбы.

8.5.8 Колбу для экстрагирования соединяют с экстрактором, содержащим гильзу. К экстрактору подсоединяют обратный холодильник и нагревают колбу в течение 4 ч таким образом, чтобы гильза и ее содержимое экстрагировались с помощью не менее 1 000 мл растворителя (20 сливов).

8.5.9 Колбу для экстрагирования отсоединяют от установки для экстрагирования, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы и кончик холодильника небольшим количеством растворителя. Затем осторожно отгоняют весь растворитель из колбы. При использовании водяной бани аккуратно вытирают внешнюю поверхность колбы, чтобы удалить любую присоединившуюся воду.

8.5.10 Колбу для экстрагирования (положив ее на бок для лучшего испарения растворителя) нагревают в сушильном шкафу (см. 6.13) при температуре 102 °С в течение 1 ч. Колбу вынимают из шкафа, дают ей остыть (не в эксикаторе, но с защитой от загрязнений) до комнатной температуры, где проводят взвешивание (в течение не менее 0,5 ч), и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Не допускается вытирать колбу непосредственно перед взвешиванием. На весы колбу помещают с помощью пинцета (во избежание прежде всего температурных колебаний).

8.5.11 Повторяют операции, рассмотренные в 8.5.10, до тех пор, пока масса колбы не снизится на 1,0 мг или ниже или повысится между двумя последовательными взвешиваниями. Минимальную массу фиксируют как массу колбы и экстрагированного вещества.

9 Расчет и обработка результатов измерений

Содержание жира *w*, выраженное в массовых долях в процентах, вычисляют по формуле

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

где m_0 — масса исследуемой пробы, г (см. 8.2);

m_1 — масса колбы для экстрагирования и экстрагированного вещества по 8.5.11, г;

m_2 — масса подготовленной колбы, г (см. 8.4);

m_3 — масса колбы для экстрагирования, использованной при контрольном опыте (см. 8.3), и экстрагированного вещества по 8.5.11, г;

m_4 — масса подготовленной колбы (см. 8.4), используемой в контрольном опыте, г.

Результат испытания округляют с точностью до 0,01 %.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Значения повторяемости и воспроизводимости, выраженные с 95%-ным уровнем вероятности, были получены по результатам межлабораторного испытания, выполненного на продуктах детского питания в соответствии с ISO 5725.

10.2 Повторяемость

Абсолютная погрешность между результатами двух независимых 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 более чем в 5 % случаях окажется выше следующих значений:

a) для продуктов с содержанием жира более 5 % (в масс. долях) — 0,2 г жира на 100 г продукта;

b) для продуктов с содержанием жира от 5 % и ниже (в масс. долях) — 0,1 г жира на 100 г продукта;

c) для жидких продуктов — 0,05 г жира на 100 г продукта.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная погрешность 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 следующих значений:

a) для продуктов с содержанием жира более 5 % (в масс. долях) — 0,4 г жира на 100 г продукта;

b) для продуктов с содержанием жира от 5 % и ниже (в масс. долях) — 0,2 г жира на 100 г продукта;

c) для жидких продуктов — 0,1 г жира на 100 г продукта.

11 Примечания по процедуре испытания

11.1 Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги

В ходе данных контрольных испытаний необходимо использовать емкость, предназначенную для контроля массы, чтобы изменения условий среды комнаты, где проводят взвешивание, или температурное воздействие жиросборника не привели к ошибочному предположению о наличии или отсутствии нелетучих веществ в экстракте реагента. Эта емкость может использоваться как уравновешивающая емкость в случае применения двухчашечных весов. Или же отклонения по кажущейся массе [($m_3 - m_4$) в формуле (1)] контрольной емкости следует учитывать при проверке массы емкости жиросборника, используемого для контрольного испытания. Следовательно, изменения в кажущейся массе емкости жиросборника, скорректированные на кажущиеся изменения по массе контрольной емкости, не должны превышать 0,5 мг.

В редких случаях растворитель может содержать летучие вещества, которые прочно удерживаются в жире. При наличии признаков таких веществ выполняют контрольный опыт с использованием емкости жиросборника, содержащей около 1 г свежего безводного молочного жира. При необходимости растворитель выгоняют в присутствии безводного молочного жира в количестве 1 г на 100 мл растворителя. Растворитель используют только сразу же после дистилляции.

11.2 Контрольное испытание, выполняемое параллельно с измерением

Значение, полученное в ходе контрольного испытания, выполненного параллельно с измерением, требует корректировки кажущейся массы веществ, экстрагированных из исследуемой пробы ($m_1 - m_2$), на наличие тех или иных летучих веществ, полученных из реагентов и фильтровальной бумаги, а также на любое изменение условий окружающей среды в комнате, где проводится взвешивание, и разницу между температурой емкости жиросборника и температурой комнаты, где проводят взвешивание, в рамках двух взвешиваний (см. 8.4 и 8.5.11).

В благоприятных условиях (при низком значении контрольного испытания по растворителю и фильтровальной бумаге, равнозначной температуре в комнате взвешивания, достаточном периоде охлаждения для емкости жиросборника) значение, как правило, будет ниже 3 мг. Также часто встречаются значения, немного превышающие указанные значения, до 5 мг. После корректировки на данные значения будут получены более точные результаты. Если проводятся корректировки на значение выше 5 мг, этот факт следует указать в протоколе испытания (см. раздел 11).

Если значение, полученное в данном контрольном опыте, систематически превышает 3 мг, растворитель и фильтровальную бумагу следует проверить (если предварительно этого не было сделано) и заменить или очистить (см. 5.3 и 5.4).

12 Протокол испытания

В протоколе испытания необходимо указать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод испытания со ссылкой на данный стандарта;

d) все детали операции, не указанные в данной части настоящего стандарта или рассмотренные как необязательные вместе с деталями любых инцидентов, которые могут повлиять на результат (ы) испытания;

e) полученный (ые) результат (ы) испытания или, в случае выполнения проверки в условиях повторяемости, окончательно полученный приведенный результат;

f) контрольное значение [($m_3 - m_4$) в формуле (1)], если оно превышает 5 мг.

Библиография

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

[2] ISO 8381 Milk-based infant foods — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)
(Продукты детского питания на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод))

[3] Weibull, M. Z. Angew. Chemie, 1892, p. 450
(Прикладная химия)

[4] Weibull, M. Z. Angew. Chemie, 1894, p. 199
(Прикладная химия)

[5] Berntrop, J.C. Z. Angew. Chemie, 1902, p. 11
(Прикладная химия)

[6] Koning, J.C. and MOOY, W.C. Pharmaceutish Weekblad, 53, 1916, p. 50
(Фармацевтический еженедельник)

[7] Schuller, P.L. Report of the collaborative study of CX/MAS on fat determination in infant foods. Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling, CX/MAS 75/10, 1975
(Протокол совместного исследования CX/MAS по определению содержания жира в продуктах детского питания)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 707	IDT	ГОСТ ISO 707—2013 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб (ISO 707:2008, IDF 50:2008)
ISO 5725-2	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2—2003 * Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений (ISO 5725-2:1994)
ISO 8381	IDT	ГОСТ ISO 8381—2016 Продукты детского питания на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод) (ISO 8381:2008)
* На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-2-2002 (ISO 5725-2:1994, IDT).		

УДК 637.1/3:664:637.041:543.557:637.144:006.354(083.74)(476) МКС 67.100 IDT
Ключевые слова: контрольный метод определения содержания жира в продуктах детского питания, метод Вейбулла — Бернтропа

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. 1,63 Уч.-изд. л. 0,69 Тираж 2 экз. Заказ 453

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