МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17678— 2015

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение отсутствия примеси в молочном жире с помощью анализа триглицеридов методом газовой хроматографии (контрольный метод)

(ISO 17678:2010, IDT)
(IDF 202:2010, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

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

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 декабря 2019 г. № 1380-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17678—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2020 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17678:2010 | IDF 202:2010 «Молоко и молочные продукты. Определение чистоты молочного жира методом газового хроматографического анализа триглицеридов (стандартный метод)» («Milk and milk products — Determination of milk fat purity by gas chromatographic analysis of triglycerides (Reference method)», IDT).

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

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в связи с особенностями межгосударственной системы стандартизации.

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

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 стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

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

© ISO, 2010 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2020

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение отсутствия примеси в молочном жире с помощью анализа триглицеридов методом газовой хроматографии (контрольный метод)

Milk and milk products.
Determination of milk fat purity by gas chromatographic analysis of triglycerides (reference method)

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения отсутствия примеси в молочном жире с помощью анализа триглицеридов методом газовой хроматографии. Метод позволяет обнаружить как растительные, так и животные жиры, например говяжий или свиной жир. Отсутствие примеси в молочном жире определяют, используя определенные формулы триглицеридов.

Данный метод применяется для сборного молока или продуктов, произведенных из молока, независимо от условий кормления, породы и лактации. В частности, данный метод применяют для жира, полученного из молочной продукции, которая содержит молочный жир без примесей в неизмененной структуре, такой как масло, сметана, молоко и сухое молоко.

Так как есть вероятность получить неверные положительные результаты, данный метод не применяется для молочного жира:

a) полученного из молока крупного рогатого скота, кроме коров;

b) полученного из молока отдельных коров;

c) полученного от коров, при кормлении которых использовался корм с очень большим количеством растительных масел, например рапсового масла;

d) полученного из молозива;

e) подвергнутого технологическому воздействию, например удаление холестерина или разделение на фракции;

f) полученного из обезжиренного молока или пахты;

g) полученного с использованием метода Гербера, Вейбулл — Бернтропа или Шмид —Бондзинского — Ратцлаффа или выделенного с помощью детергентов (например, метод Бюро молочной промышленности).

При использовании методов, установленных в перечислении g), значительное количество неполных глицеридов или фосфолипидов может перейти в жировую фазу. Соответственно область применения настоящего стандарта исключает определенные продукты, в частности сыр, процесс созревания которого также имеет влияние на состав жира в той степени, при которой существует риск получить неверные положительные результаты.

Примечание 1 — В природных условиях масляная (н-бутановая) кислота (С4) содержится исключительно в молочном жире, что позволяет провести количественную оценку низкого или среднего содержания растительных и животных жиров в молочном жире. Однако из-за большой разбежки естественного содержания С4 от 3,1 % до 3,8 % массовой доли затруднено получение информации о количестве или качестве постороннего жира относительно содержания молочного жира без примеси до 20 % массовой доли (см. [11]).

Примечание 2 — На практике количественные результаты содержания стеринов в растительных жирах не могут быть получены, так как они зависят от условий производства и обработки. Соответственно качественное определение постороннего жира с помощью использования стеринов является неоднозначным.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 1211:2010 | IDF 001:2010, Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод))

ISO 2450:2008 | IDF 016:2008, Cream — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Сливки. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод))

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 7328:2008 | IDF 116:2008, Milk-based edible ices and ice mixes — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Мороженое молочное и смеси для мороженого. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод))

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **отсутствие примеси в молочном жире** (milk fat purity): Отсутствие растительных или животных жиров, определяемых посредством установленного в настоящем стандарте метода.

Примечание — Отсутствие примеси определяется с помощью *S*-значений, которые рассчитываются по содержанию триглицеридов. Массовая доля триглицеридов представляется в процентах.

4 Сущность метода

Жир, полученный из молока или молочной продукции, анализируют методом газовой хроматографии с использованием насадочной или короткой капиллярной колонки для определения триглицеридов, отличающихся общим числом атомов углерода. *S*-значения вычисляют путем введения в соответствующие формулы массовой доли триглицеридов, выраженных в процентах от жировых молекул (от С24 до С54, используя только четное число атомов углерода). Если *S*-значения превышают установленные пределы для молочного жира без примесей, то считается, что проба содержит посторонний жир.

Примечание 1 — Оценка пригодности насадочной и капиллярной колонок должна быть выполнена до проведения анализа (см. [8]—[10]).

Примечание 2 — *S*-значение является суммой взвешенных массовых долей триглицеридов.

5 Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только признанной аналитической чистоты, если не предусмотрено иное.

5.1 **Вода**, соответствующая требованиям ISO 3696 (2 степени чистоты).

5.2 **Газ-носитель**, азот или в качестве альтернативы гелий или водород, с уровнем чистоты не менее 99,995 % объемной доли.

5.3 **Стандартные образцы жиров**, чистота которых не менее 99 % массовой доли, для подготовки стандартного образца молочного жира (см. 8.3.3).

5.3.1 **Стандартные образцы насыщенных триглицеридов**, приобретаемые в торговой сети.

5.3.2 **Стандартный образец холестерина**.

5.4 **Метанол** (CH_3OH), с содержанием воды не более 0,05 % массовой доли.

5.5 **н-Гексан** [$CH_3(CH_2)_4CH_3$].

5.6 **н-Гептан** [$CH_3(CH_2)_5CH_3$].

5.7 **Другие газы,** водород с чистотой 99,995 % объемной доли, с минимальным содержанием органических примесей (C_nH_m < 1 мм^3/дм^3); модифицированная среда с минимальным содержанием органических примесей (C_nH_m < 1 мм^3/дм^3).

5.8 **Безводный сульфат натрия** (Na_2SO_4).

6 Оборудование

Для проведения измерений используют следующее стандартное лабораторное оборудование.

6.1 **Высокотемпературный газовый хроматограф**, работоспособный при температурах до 400 °С и оборудованный пламенно-ионизационным детектором (FID). Для капиллярной газовой хроматографии необходим инжектор для дозирования непосредственно в колонку (on-column) или температурно-программируемый инжектор, инжектор для ввода проб с делением потока не является подходящим. Септа инжектора должна выдерживать высокие температуры и показывать очень низкую степень утечки. Для подключения к колонке, инжектору и/или втулке датчика всегда используют графитовые феррулы (если это возможно).

6.2 Хроматографическая колонка

6.2.1 **Насадочная колонка**, стеклянная, с внутренним диаметром 2 мм и длиной 500 мм, заполненная от 125 до 150 мкм (100—120 меш) Gas ChromQ[1)], с неподвижной фазой 3 % OV-1. Требования к подготовке, силанизации, наполнению и кондиционированию насадочной колонки установлены в приложении А. В качестве альтернативы может быть использована капиллярная колонка (6.2.2).

6.2.2 **Капиллярная колонка**, короткая, например длиной 5 м, с неполярной неподвижной фазой, работающая при температуре до 400 °С или более[2)].

Кондиционируют колонку, выполняя 20 анализов раствора молочного жира (8.2) не более 2 дн, используя условия, указанные в 8.3.4.2. После этого обеспечивают, чтобы коэффициент отклика (8.3.3) приближался к 1 и не превышал 1,2500. С учетом возможной схожести С24 и холестерина для С24 обычно принимают более высокий коэффициент чувствительности детектора.

Допустимо применение колонок с различными размерами и различной неполярной, термостойкой фазой, если они соответствуют требованиям настоящего стандарта. Длина колонки имеет необходимые ограничения, связанные с разрешающей способностью колонки, как показано на рисунке 1 (см. также 8.3.4.2).

6.3 **Колонки Extrelut**[1)] вместимостью от 1 см^3 до 3 см^3, заполненные силикагелем, для экстракции молочного жира в соответствии с 8.1.4.

6.4 **Графитовые феррулы**, способные выдерживать температуры до 400 °С, предназначенные для соединения хроматографической колонки с инжектором и/или втулкой детектора.

6.5 **Водяная баня**, способная поддерживать температуру в диапазоне (50 ± 2) °С.

6.6 **Термостат**, способный поддерживать температуру в диапазонах (50 ± 2) °С и (100 ± 2) °С.

6.7 **Микропипетка**.

6.8 **Градуированная пипетка** вместимостью 5 см^3, [2] (класс А).

6.9 **Круглодонная колба** вместимостью 50 см^3.

6.10 **Колба Эрленмейера** номинальной вместимостью 250 см^3.

6.11 **Воронка**.

6.12 **Мелкопористая фильтровальная бумага**.

6.13 **Испаритель ротационный**.

6.14 **Пробирки**, номинальной вместимостью 1 см^3, снабженные обжимным алюминиевым колпачком, покрытым политетрафторэтиленом или завинчивающейся крышкой.

6.15 **Шприц для ввода пробы**, поршень которого не доходит до окончания иглы (для насадочной хроматографической колонки).

Примечание — При использовании таких шприцов достигается лучшая повторяемость результатов.

6.16 **Аналитические весы** с точностью взвешивания до 1 мг, с ценой деления 0,1 мг.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 707.

В лабораторию доставляют репрезентативную пробу. Проба должна быть без повреждений и изменений в результате хранения или транспортировки.

[1)] Пример подходящего изделия, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данного изделия со стороны ISO или IDF.

[2)] CP-Ultimetal SimDist (5 м, 0,53 мм, 0,17 мкм) является продуктом, доступным в торговой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данного продукта со стороны ISO или IDF.

8 Проведение испытаний

8.1 Подготовка пробы для испытаний

8.1.1 Общие положения

Для подготовки пробы для испытаний используют один из методов извлечения или экстракции молочного жира, установленных в 8.1.2—8.1.4.

8.1.2 Извлечение из масла или топленого масла

Растапливают от 50 до 100 г пробы для испытаний на водяной бане (6.5) или в термостате (6.6) при 50 °С.

Добавляют от 0,5 до 1,0 г сульфата натрия (5.8) в сложенную фильтровальную бумагу (6.12). Предварительно нагревают в термостате при температуре 50 °С колбу Эрленмейера, вместимостью 250 $см^3$ (6.10), и воронку (6.11) со вставленной фильтровальной бумагой, содержащей сульфат натрия.

При ограниченном количестве пробы для испытаний используют меньшее количество пробы для испытания и проводят соответствующую адаптацию процедуры.

Следует обратить внимание на то, что обработка навески меньшего объема включает в себя более высокий риск получения нерепрезентативной пробы.

При внесении пробы в нагретую колбу с воронкой и вложенным фильтром в термостат слои жира фильтруются из растопленной пробы, не пропуская плазму.

Примечание 1 — Масло может быть получено из сливок путем сбивания и тщательной промывки полученного масляного зерна.

Примечание 2 — Молочный жир, полученный в результате использования процедуры, установленной в данном подпункте, почти не содержит фосфолипидов.

8.1.3 Извлечение жира гравиметрическим методом Розе — Готтлиба

Извлекают фракцию жира из пробы для испытаний, используя гравиметрический метод, установленный в ISO 1211 | IDF 1, ISO 2450 | IDF 16 или ISO 7328 | IDF 116.

8.1.4 Извлечение жира из молока с использованием колонки с силикагелем

Молоко доводят до температуры 20 °С. Микропипеткой (6.7) добавляют 0,7 $см^3$ пробы, заполняя колонку Extrelut (6.3), вместимостью от 1 до 3 $см^3$. В течение примерно 5 мин проба равномерно распределяется по силикагелю.

Для денатурации белково-липидных комплексов градуированной пипеткой (6.8) в колонку Extrelut добавляют 1,5 $см^3$ метанола (5.4). Затем извлекают фракции жира пробы с помощью 20 $см^3$ н-гексана (5.5). Добавляют н-гексан медленно, небольшими порциями. Собирают вытекающий раствор в круглодонную колбу вместимостью 50 $см^3$ (6.9), предварительно высушенную до состояния постоянной установленной массы, взвешенную с точностью до 1 мг, с записанной массой с точностью до 0,1 мг.

Раствор из колонки извлекают полностью. Отгоняют полученный раствор на ротационном испарителе (6.13) при температуре от 40 °С до 50 °С.

После отгонки растворителей сушат и затем взвешивают колбу и ее содержимое с точностью до 1 мг и записывают массу с точностью до 0,1 мг. Вычисляют массу жира вычитанием массы высушенной пустой круглодонной колбы из полученной массы.

В зависимости от содержания жира в молоке и необходимой концентрации раствора пробы следует удостовериться в необходимости соединения выхода двух (или более) извлечений для получения достаточного количества жира.

8.2 Подготовка пробы раствора жира

Для газовой хроматографии с использованием насадочной колонки готовят раствор жира с 5%-ной объемной долей жира, полученного в соответствии с 8.1.2, 8.1.3 или 8.1.4 в н-гексане (5.5) или н-гептане (5.6). В зависимости от размера колонки рассчитывают концентрацию с учетом 1 % на 0,53 мм внутреннего диаметра (ID) колонки или меньше для ввода пробы с помощью инжектора для дозирования непосредственно в капиллярную колонку.

При использовании пробы жира, приготовленного в соответствии с 8.1.4, вычисляют объем растворителя (см. 5.5 или 5.6) для добавления в пробу для испытаний в колбе на основании полученной массы жира.

Полностью растворяют жир в используемом растворителе. Переносят приблизительно от 0,5 $см^3$ до 1 $см^3$ раствора полученной пробы жира в пробирку (6.14).

8.3 Хроматографическое определение триглицеридов

8.3.1 Отклонение базовой линии

Для стабилизации и уменьшения уровня базовой линии кондиционируют колонку в соответствии с 6.2.2 (капиллярная колонка) или А.4 (насадочная колонка).

Примечание — В результате высокой температуры анализ триглицеридов является особенно чувствительным к повышению базовой линии в диапазоне высокого числа атомов углерода.

8.3.2 Метод ввода пробы

8.3.2.1 Насадочная колонка

Для предотвращения эффектов избирательности и улучшения количественного определения триглицеридов с высокой температурой кипения применяют метод горячей иглы.

Заполняют иглу воздухом, наполняют корпус шприца раствором жира. Нагревают иглу перед инжекцией в течение примерно 3 с. Вставляют иглу в инжектор и быстро вводят содержимое шприца.

8.3.2.2 Капиллярная колонка

При использовании холодного ввода пробы в колонку (8.3.4.2) непосредственно вставляют иглу шприца и вводят содержимое. Выбирают подходящее время пребывания иглы в инжекторе, чтобы избежать образования широких размытых задних склонов пиков.

Примечание — Оптимальное время пребывания составляет примерно 3 с.

8.3.3 Калибровка

8.3.3.1 Общие положения

Для калибровки пробы для испытаний выполняют от двух до трех анализов стандартного молочного жира в начале каждого рабочего дня. Последний анализ стандартного молочного жира используют для определения коэффициента отклика f_i (массовая доля, деленная на площадь фракции) триглицеридов и холестерина и применяют их к последующим пробам для испытания (10.1):

$$f_i = \frac{w_i \sum A_i}{\sum w_i \cdot A_i}, \quad (1)$$

где w_i — массовая доля каждого триглицерида или холестерина в стандартном молочном жире, %;

A_i — площадь пика каждого триглицерида или холестерина в стандартном молочном жире.

Представляют коэффициент отклика с точностью до четырех десятичных долей.

Для получения стандартизованного молочного жира с известным составом триглицеридов необходимо выполнить процедуру, установленную в 8.3.3.2 или 8.3.3.3.

8.3.3.2 Приобретаемый стандартный образец молочного жира

Используют стандартный образец молочного жира с сертифицированным составом триглицеридов[1)] для определения коэффициента отклика каждого компонента пробы для испытания.

8.3.3.3 Лабораторный эталон молочного жира

Приготовить около 1 г смеси стандартных образцов жира (5.3), которые содержат насыщенные триглицериды С24, С30, С36, С42, С48 и С54 и холестерин, а также предпочтительно С50 и С52, взвешивая их с точностью до миллиграмма и записывая массу с точностью до 0,1 мг, для получения смеси триглицеридов, по составу похожей на молочный жир.

Многократно анализируют раствор смеси стандартных образцов жира в н-гексане (5.5) или н-гептане (5.6) в соответствии с 8.3.4. В той же последовательности многократно анализируют молочный жир типичного состава.

Определяют коэффициент отклика триглицеридов из смеси эталонов жиров. Рассчитывают промежуточные коэффициенты отклика триглицеридов, не присутствующих в смеси, с помощью математической интерполяции. Применяют коэффициенты отклика к молочному жиру для получения стандартизованного состава.

Стандартный молочный жир, полученный таким методом, можно хранить в течение нескольких лет в азоте при максимальной температуре минус 18 °С.

8.3.4 Условия хроматографии

8.3.4.1 Насадочная колонка

8.3.4.1.1 Использование насадочной колонки обычно дает степень разделения, показанную на рисунке 1. Хотя этого обычно не наблюдается, следует избегать расщепления триглицеридов с четным числом атомов углерода.

[1)] CRM 519 (безводный молочный жир) является примером изделия, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данного изделия со стороны ISO или IDF.

8.3.4.1.2 Температурный режим: устанавливают начальную температуру термостата 210 °С. Поддерживают при данной температуре 1 мин. Увеличивают температуру до 350 °С со скоростью 6 °С/мин. Поддерживают установленную температуру в течение 5 мин.

8.3.4.1.3 Устанавливают температуру детектора и инжектора 370 °С.

8.3.4.1.4 Газ-носитель: используют азот при постоянной скорости подачи около 40 $см^3$/мин. Необходимо настроить подачу газа-носителя с точностью, позволяющей С54 извлекаться из адсорбента при 341 °С.

8.3.4.1.5 Продолжительность анализа: 29,3 мин.

8.3.4.1.6 Объем инъекции: вводят 0,5 $мм^3$ раствора пробы с объемной долей 5 %.

8.3.4.1.7 Если не проводится анализ триглицеридов, поддерживают начальную температуру термостата, указанную в 8.3.4.1.2, температуру детектора и инжектора — в соответствии с 8.3.4.1.3, а скорость подачи газа-носителя — согласно 8.3.4.1.4 на постоянном уровне, а также в ночное время и в выходные дни и праздники. Это гарантирует оптимальную работу колонки.

8.3.4.2 Капиллярная колонка

8.3.4.2.1 Использование капиллярной колонки обычно дает степень разделения, показанную на рисунке 1. Хотя этого обычно не наблюдается, следует избегать расщепления триглицеридов с четным числом атомов углерода.

8.3.4.2.2 Температурный режим: устанавливают начальную температуру термостата 80 °С. Поддерживают данную температуру в течение 0,5 мин. Затем увеличивают температуру со скоростью 50 °С/мин до 190 °С. Увеличивают температуру на 6 °С/мин до 350 °С. Поддерживают эту (окончательную) температуру в течение 5 мин.

8.3.4.2.3 Устанавливают температуру детектора 370 °С.

8.3.4.2.4 Газ-носитель: используют азот при постоянной скорости подачи около 3 $см^3$/мин.

8.3.4.2.5 Продолжительность анализа: 34,4 мин.

8.3.4.2.6 Объем инъекции: вводят 0,5 $мм^3$ раствора пробы с объемной долей 1 %.

8.3.4.2.7 Поддерживают эти параметры в режиме ожидания для обеспечения лучшей производительности (см. 8.3.4.1.7).

При использовании холодного ввода пробы в колонку устанавливают температуру инжектора в режиме работы термостата для получения лучшего результата.

Аналитические параметры, установленные в 8.3.4.2, подходят для использования ввода пробы в колонку с большим диаметром (0,53 мм), как установлено в 6.2.2. Для колонок с другими параметрами и фазой используют другие настройки. Область применения включает в себя использование сверхбыстрой газовой хроматографии. При любых условиях необходимо придерживаться требований для соответствующей степени разделения (см. рисунок 1).

9 Интегрирование, обсчет и контроль выполнения анализа

Проводят обсчет хроматографических пиков при помощи интегрированной системы, которая может графически отобразить базовую линию и провести реинтегрирование.

Рисунок 1 показывает пример корректно интегрированной хроматограммы. На рисунке 2 показан пример случайной погрешности в базовой линии с некорректным завершением хроматограммы после С54, что влияет на процентное соотношение всех триглицеридов. Необходимо исключить пики после выхода С54 из оценки.

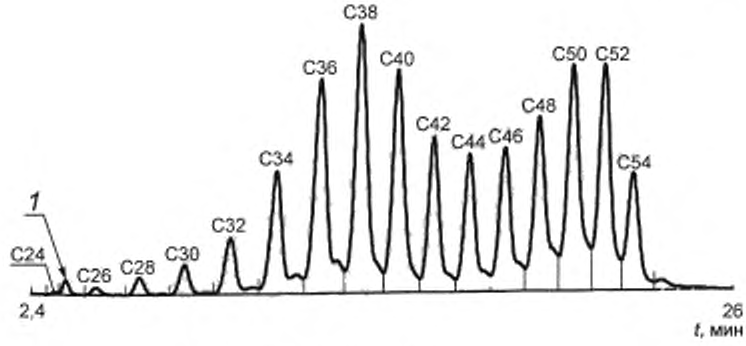
Объединяют триглицериды с нечетным числом ацил-С (2н + 1) с предшествующим четным числом триглицеридов (2н). Содержание С56 в вычислении не учитывается. Умножают площадь в процентном соотношении оставшихся триглицеридов, включая холестерин, на соответствующий коэффициент чувствительности стандартизированного молочного жира (последняя калибровка), сумму площадей всех пиков принимают за 100 % в соответствии с 10.1.

Проверяют условия измерения, сравнивают коэффициент варьирования C_V, представленный в процентах различных триглицеридов, полученных из данных 10 анализов, относительно данных в таблице 1, которые были получены из 19 последовательных анализов одной и той же пробы жира молока.

Если полученные значения C_V значительно выше значений, указанных в таблице 1, то условия хроматографии не приемлемы.

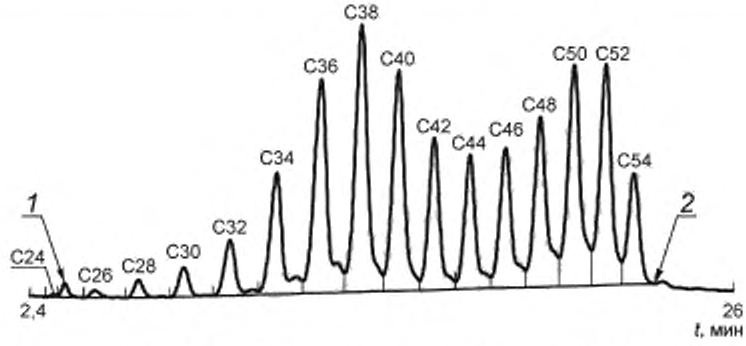
Примечание — Значения, приведенные в таблице 1, не являются обязательными, но являются необходимыми для контроля качества.

Несмотря на то, что более высокие значения Cv являются приемлемыми, пределы повторяемости и воспроизводимости, установленные в разделе 11, необходимо соблюдать.



1 — холестерин; *t* — время

Рисунок 1 — Пример хроматограммы триглицерида молочного жира с корректно установленной базовой линией



1 — холестерин; *2* — конечная точка неправильной базовой линии. *t* — время

Рисунок 2 — Пример хроматограммы триглицерида молочного жира с некорректно установленной базовой линией

Таблица 1 — Коэффициенты варьирования содержания триглицеридов

Триглицериды	C24	C26	C28	C30	C32	C34	C38	C40	C42	C44	C46	C48	C50	C52	C54
Коэффициент варьирования Cv, %	10,00	2,69	3,03	1,76	1,03	0,79	0,42	0,20	0,26	0,34	0,37	0,53	0,38	0,54	0,75

10 Вычисление и представление результатов

10.1 Состав триглицеридов

10.1.1 Вычисления

Рассчитывают массовую долю каждого триглицерида (для i = C24, C26, C28, C30, C32, C34, C36, C38, C40, C42, C44, C46, C48, C50, C52 и C54) плюс холестерина w_i, представленную в процентах от общего содержания триглицеридов в пробе для испытаний по формуле (2):

$$w_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum (A_i \cdot f_i)} \cdot 100 , \qquad (2)$$

где A_i — числовое значение площади пика каждого триглицерида в пробе для испытаний;

f_i — коэффициент отклика каждого триглицерида, определенный калибровкой (8.3.3).

10.1.2 Представление результатов

Представляют результаты в виде значений, округленных до двух десятичных знаков.

10.2 *S*-значения

10.2.1 Вычисление

10.2.1.1 Общая информация

Вычисляют *S*-значения каждого триглицерида путем включения вычисленной массовой доли соответствующего триглицерида (10.1.1) в формулы (3)—(7). Используют все формулы независимо от предположений о типе постороннего жира.

Примечание — Хотя *S*-значения рассчитывают из процентного отношения триглицеридов, сами по себе они не представляют процентного отношения и не являются единицей измерения.

10.2.1.2 Соевое, подсолнечное, оливковое, рапсовое, льняное масло, масло зародышей пшеницы, зародышей кукурузы, хлопковое масло и рыбий жир

$$S = 2{,}0983\ w_{C30} + 0{,}7288\ w_{C34} + 0{,}6927\ w_{C36} + 0{,}6353\ w_{C38} + 3{,}7452\ w_{C40} - 1{,}2929\ w_{C42} + \\ + 1{,}3544\ w_{C44} + 1{,}7013\ w_{C46} + 2{,}5283\ w_{C50}. \quad (3)$$

10.2.1.3 Кокосовое масло и пальмоядровый жир

$$S = 3{,}7453\ w_{C32} + 1{,}1134\ w_{C36} + 1{,}3648\ w_{C38} + 2{,}1544\ w_{C42} + 0{,}4273\ w_{C44} + 0{,}5809\ w_{C46} + \\ + 1{,}2926\ w_{C48} + 1{,}0306\ w_{C50} + 0{,}9953\ w_{C52} + 1{,}2396\ w_{C54}. \quad (4)$$

10.2.1.4 Пальмовое масло и говяжий жир

$$S = 3{,}6644\ w_{C28} + 5{,}2297\ w_{C30} - 12{,}5073\ w_{C32} + 4{,}4285\ w_{C34} - 0{,}2010\ w_{C36} + 1{,}2791\ w_{C38} + \\ + 6{,}7433\ w_{C40} - 4{,}2714\ w_{C42} + 6{,}3739\ w_{C46}. \quad (5)$$

10.2.1.5 Свиной жир

$$S = 6{,}5125\ w_{C26} + 1{,}2052\ w_{C32} + 1{,}7336\ w_{C34} + 1{,}7557\ w_{C36} + 2{,}2325\ w_{C42} + 2{,}8006\ w_{C46} + \\ + 2{,}5432\ w_{C52} + 0{,}9892\ w_{C54}. \quad (6)$$

10.2.1.6 Общее

$$S = -2{,}7575\ w_{C26} + 6{,}4077\ w_{C28} + 5{,}5437\ w_{C30} - 15{,}3247\ w_{C32} + 6{,}2600\ w_{C34} + 8{,}0108\ w_{C40} - \\ - 5{,}0336\ w_{C42} + 0{,}6356\ w_{C44} + 6{,}0171\ w_{C46}. \quad (7)$$

10.2.2 Представление результатов испытаний

Представляют результаты в виде значений, округленных до двух десятичных знаков.

10.3 Определение постороннего жира

Сравнивают пять *S*-значений, полученных по 10.2.1, с соответствующими *S*-пределами, указанными в таблице 2. Проба для испытаний принимается за чистый молочный жир при всех пяти *S*-значениях, если они находятся в указанных в таблице 2 пределах. Если *S*-значения выходят за указанные пределы, считается, что проба содержит посторонний жир.

Хотя отдельные формулы (3)—(6) являются более чувствительными к некоторым посторонним жирам, чем общая формула (7) (см. таблицу В.1), положительный результат, полученный только с одной из формул (3)—(6), не дает основания делать выводы о типе постороннего жира.

В приложении В описана процедура вычисления содержания растительного или животного жира в фальсифицированном молочном жире, которая не прошла валидацию и предназначена только для справочных целей.

Таблица 2 — *S*-пределы для чистого молочного жира

Посторонний жир	Формула	*S*-пределы [a]
Соевое, подсолнечное, оливковое, рапсовое, льняное масло, масло зародышей пшеницы, зародышей кукурузы, хлопковое масло и рыбий жир	(3)	от 98,05 до 101,95
Кокосовое масло и пальмоядровый жир	(4)	от 99,42 до 100,58
Пальмовое масло и говяжий жир	(5)	от 95,90 до 104,10
Свиной жир	(6)	от 97,96 до 102,04
Всего	(7)	от 95,68 до 104,32
[a] Вычисление с точностью до 99 % с установлением наличия постороннего жира при превышении пределов соответствующих формул (см. таблицу В.1).		

11 Точность

11.1 Межлабораторные испытания

Повторяемость и воспроизводимость *S*-значений были получены в ходе проведения межлабораторных испытаний, осуществленных в соответствии с [3] и [4]. Значения повторяемости и воспроизводимости, полученные с помощью формул (3)—(7), при анализе чистого молочного жира не могут быть применимы к другим матрицам, кроме указанных. Подробная информация о межлабораторных испытаниях приведена в приложении D.

Примечание — Пределы повторяемости и воспроизводимости могут быть использованы для вычисления неопределенности измерений. Полученные расширенные *S*-пределы приведены в приложении С для справочных целей.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными одним лаборантом при использовании им одного и того же метода на идентичном материале для испытаний в одной и той же лаборатории на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должна более чем в 5 % случаев превышать пределы повторяемости *r*, указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Пределы повторяемости *r* для формул (3)—(7)

Посторонний жир	Формула	*r*
Соевое, подсолнечное, оливковое, рапсовое, льняное масло, масло зародышей пшеницы, зародышей кукурузы, хлопковое масло и рыбий жир	(3)	0,22
Кокосовое масло и пальмоядровый жир	(4)	0,11
Пальмовое масло и говяжий жир	(5)	0,57
Свиной жир	(6)	0,28
Всего	(7)	0,66

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными разными лаборантами при использовании одного и того же метода на идентичном материале исследования в разных лабораториях на разном оборудовании, не должна более чем в 5 % случаев превышать пределы воспроизводимости *R*, указанные в таблице 4.

Таблица 4 — Пределы воспроизводимости *R* для формул (3)—(7)

Посторонний жир	Формула	*R*
Соевое, подсолнечное, оливковое, рапсовое, льняное масло, масло зародышей пшеницы, зародышей кукурузы, хлопковое масло и рыбий жир	(3)	0,61
Кокосовое масло и пальмоядровый жир	(4)	0,26
Пальмовое масло и говяжий жир	(5)	1,02
Свиной жир	(6)	0,38
Всего	(7)	1,26

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую минимальную информацию:

a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

b) применяемый метод отбора проб, если он известен;

c) применяемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

d) подробности проведения испытаний, которые не предусмотрены настоящим стандартом и являются необязательными, а также подробности всех событий, которые могли повлиять на результаты испытаний;

e) полученные результаты испытаний и, если была проведена проверка повторяемости результатов, последние указанные данные.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка насадочной колонки

А.1 Реактивы, аппаратура и материалы

А.1.1 **Толуол ($C_6H_5CH_3$)**.

А.1.2 **Раствор диметилдихлорсилана [$Si(CH_3)_2Cl_2$]**. Растворяют 50 см^3 диметилдихлорсилана в 283 см^3 толуола (А.1.1).

А.1.3 **Раствор масла какао**, с массовой долей 5 % какао-масла в н-гексане (5.5) или н-гептане (5.6).

А.1.4 **Неподвижная фаза**, 3 % OV-1 от 125 до 150 мкм (100 до 120 меш) Gas ChromQ [1].

Примечание — Показатель гранулярности был переведен в микрометры в соответствии с BS 410 (все части) ([5]).

А.1.5 **Стеклянная колонка**, с внутренним диаметром 2 мм и длиной 500 мм, U-образной формы.

А.1.6 **Оборудование для наполнения насадочной колонки**.

А.1.6.1 **Заправочная колонка**, с навинчивающимися крышками, снабженная отметкой, до которой она может быть заполнена неподвижной фазой.

А.1.6.2 **Мелкое сито**, с ячейками размером около 100 мкм и навинчивающаяся крышка для герметизации стеклянной колонки (см. подраздел А.3).

А.1.6.3 **Силанизированное стекловолокно**, дезактивированное.

А.1.6.4 **Вибрационный механизм**, для равномерного распределения неподвижной фазы во время наполнения колонки.

А.1.6.5 **Устройство для силанизации**, для силанизации стеклянной поверхности колонки.

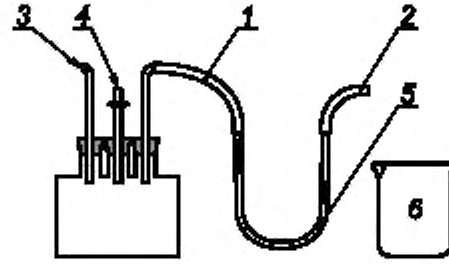
А.1.6.6 **Колба Вульфа**.

А.1.6.7 **Водоструйный насос**.

А.2 Силанизация (дезактивация стеклянной поверхности)

После присоединения колбы Вульфа (А.1.6.6) к водоструйному насосу (А.1.6.7) погружают трубку 2 (см. рисунок А.1) в раствор диметилдихлорсилана (А.1.2). Наполняют стеклянную колонку (А.1.5) раствором, закрывая запорный кран. Снова открывают запорный кран и затем убирают две трубки.

Фиксируют колонку на держателе. С помощью пипетки полностью ее наполняют раствором диметилдихлорсилана (А.1.2). Оставляют колонку на 20—30 мин.

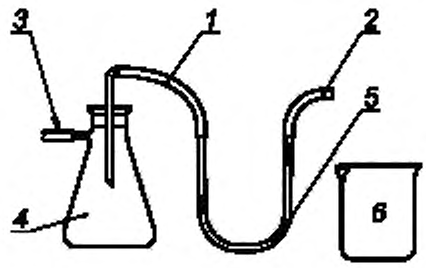


1 — трубка 1; *2* — трубка 2; *3* — водоструйный насос; *4* — запорный кран; *5* — стеклянная колонка; *6* — диметилдихлорсилан и толуол

Рисунок А.1 — Оборудование для силанизации

Затем заменяют колбу Вульфа колбой для фильтрования. Опорожняют колонку, подключая ее к водоструйному насосу (А.1.6.7) (см. рисунок А.2). Промывают пустую колонку, используя последовательно 75 см^3 толуола (А.1.1) и 50 см^3 метанола (5.4), опуская трубку 2 в соответствующие растворители. Сушат промытую колонку в термостате (6.6) при 100 °С в течение примерно 30 мин.

[1] Пример подходящего изделия, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данного изделия со стороны ISO или IDF.

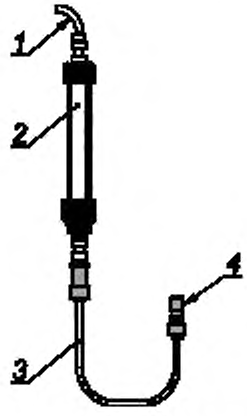


1 — трубка 1; *2* — трубка 2, *3* — водоструйный насос; *4* — колба для фильтрования; *5* — стеклянная колонка, *6* — промывочное средство

Рисунок А.2 — Оборудование для промывания

А.3 Наполнение

Наполняют стеклянную колонку с помощью оборудования, представленного на рисунке А.3. Наполняют до отметки заправочную колонку (А.1.6.1) неподвижной фазой (А.1.4). Уплотняют примерно 10 мм нижнего конца стеклянной колонки силанизированным спрессованным стекловолокном (А.1.6.3). Закрывают конец колонки мелким ситом (А.1.6.2).



1 — входной патрубок для азота, *2* — заправочная колонка, которая должна наполняться до отметки с помощью OV-1, *3* — стеклянная колонка для наполнения; *4* — навинчивающаяся крышка с фильтром, напротив которого спрессовано стекловолокно и неподвижная фаза

Рисунок А.3 — Наполнение стеклянной колонки

Наполняют стеклянную колонку под давлением (300 кПа и подача азота) неподвижной фазой. Для однородного, непрерывного и плотного наполнения колонки насадочным материалом перемещают вибрационное устройство вверх и вниз в стеклянной колонке во время наполнения. После наполнения плотно закрывают спрессованным силанизированным стекловолокном (А.1.6.3) другой конец насадочной колонки. Отрезают выступающие концы. С помощью шпателя вдавливают спрессованное силанизированное стекловолокно на несколько миллиметров в насадочную колонку.

А.4 Кондиционирование

Во время этапов а) — с) не соединяют заднюю часть насадочной колонки (см. А.3) с детектором во избежание загрязнения. Кондиционируют колонки следующим образом:

а) Пропускают азот через насадочную колонку в течение 15 мин при скорости подачи азота 40 $см^3$/мин, доводят температуру термостата газового хроматографа до 50 °С.

b) Нагревают колонку со скоростью 1 °С/мин до 355 °С при скорости подачи азота, установленной на уровне 10 $см^3$/мин.

c) Поддерживают температуру колонки при 355 °С от 12 до 15 ч.

d) Два раза вводят по 1 мм^3 раствора масла какао (А.1.3), используя температурный режим для насадочной колонки, установленный в 8.3.4.1.

Примечание — Масло какао состоит в основном из триглицеридов с числом атомов углерода от С50 до С54 и высокой температурой кипения, поэтому оно облегчает кондиционирование колонки.

e) В колонку 20 раз вводят по 0,5 мм^3 раствора молочного жира в соответствии с 8.2 в течение не более 2 дн, используя условия для насадочной колонки, установленные в 8.3.4.1.

При анализе проб используют только насадочные колонки с коэффициентом отклика, близким к 1. Коэффициенты отклика не должны превышать 1,2500.

Приложение В
(справочное)

Количественное определение содержания постороннего жира

В.1 Общие положения

В таблице В.1 приведены пределы обнаружения для различных посторонних жиров, рассчитанные с точностью до 99 %. Средний столбец показывает пределы обнаружения по отдельной формуле от (3) до (6).

Пределы обнаружения по общей формуле (7), показанные в крайней правой колонке, являются более высокими. В целом формула (7) необходима только для количественной оценки посторонних жиров.

Используя все формулы, могут быть также обнаружены комбинации различных посторонних жиров. Изменение состава триглицерида между отдельными образцами одного вида постороннего жира не оказывает существенного влияния на пределы обнаружения.

При использовании отдельных формул и общей формулы применяют пределы обнаружения по отдельным формулам. Тем не менее в некоторых случаях *S*-значение общей формулы является необходимым для количественного определения (см. подраздел В.2).

Таблица В.1 — Пределы обнаружения постороннего жира с точностью до 99 %, добавленного в молочный жир, представленные в процентах

Посторонний жир	Отдельная формула, %	Общая формула, %
Соевое масло	2,1	4,4
Подсолнечное масло	2,3	4,8
Оливковое масло	2,4	4,7
Кокосовое масло	3,5	4,3
Пальмовое масло	4,4	4,7
Пальмоядровый жир	4,6	5,9
Рапсовое масло	2,0	4,4
Льняное масло	2,0	4,0
Масло зародышей пшеницы	2,7	6,4
Масло зародышей кукурузы	2,2	4,5
Хлопковое масло	3,3	4,4
Свиной жир	2,7	4,7
Говяжий жир	5,2	5,4
Гидрогенизированный рыбий жир	5,4	6,1

В.2 Вычисления

Количественное определение постороннего жира проводят только в случае превышения хотя бы одного из *S*-пределов (таблица 2 или таблица С.1). Для того чтобы получить количественную информацию, вычисляют массовую долю постороннего жира или массовую долю смеси постороннего жира w_f, %, в пробе по формуле (В.1):

$$w_f = 100 \cdot \left| \frac{(100 - S)}{(100 - S_f)} \right|, \qquad \text{(В.1)}$$

где S — результат, полученный путем ввода данных по триглицеридам из молочного жира с добавленным посторонним жиром или смесью постороннего жира, в одну из формул (3) — (7);

S_f — постоянная, зависящая от типа добавленного постороннего жира.

Если вид постороннего жира, добавленного в молочный жир, не известен, то используют общее значение S_f, равное 7,46 (см. таблицу В.2). Во всех случаях необходимо использовать значение S, полученное по формуле (7), даже если превышаются не его S-пределы, а S-пределы по другой формуле.

Если посторонние жиры известны, вводят их отдельные значения S_f (см. таблицу В.2) в формулу (В.1). Для вычисления S выбирают соответствующие формулы постороннего жира из формул (3) — (6).

Таблица В.2 — Значения S_f различных посторонних жиров

Посторонний жир	S_f
Неизвестный	7,46
Соевое масло	8,18
Подсолнечное масло	9,43
Оливковое масло	12,75
Кокосовое масло	118,13
Пальмовое масло	7,55
Пальмоядровый жир	112,32
Рапсовое масло	3,30
Льняное масло	4,44
Масло зародышей пшеницы	27,45
Масло зародышей кукурузы	9,29
Хлопковое масло	41,18
Свиной жир	177,55
Говяжий жир	17,56
Рыбий жир	64,12

В.3 Представление результатов

Представляют результаты в виде значений, округленных до двух десятичных знаков.

Приложение С
(справочное)

Неопределенность измерений

С.1 Расширенная неопределенность

С полученными значениями повторяемости *r* (11.2) и воспроизводимости *R* (11.3) может быть рассчитана расширенная неопределенность *S*-значения.

Включение расширенной неопределенности (основанной на дублировании анализов) в *S*-пределы таблицы 2 приводит к расширенным *S*-пределам, показанным в таблице С.1.

Таблица С.1 — Расширенные *S*-пределы чистых молочных жиров, включая расширенную неопределенность

Посторонний жир	Формула	Расширенные *S*-пределы
Соевое, подсолнечное, оливковое, рапсовое, льняное масло, масло зародышей пшеницы, зародышей кукурузы, хлопковое масло и рыбий жир	(3)	97,63—102,37
Кокосовое масло и пальмоядровый жир	(4)	99,24—100,76
Пальмовое масло и говяжий жир	(5)	95,23—104,77
Свиной жир	(6)	97,73—102,27
Всего	(7)	94,84—105,16

Примечание — Расширенные *S*-пределы, указанные в таблице С.1, не являются частью настоящего стандарта, но могут оказаться полезными для оценки соответствия образца нормативным требованиям.

Приложение D
(справочное)

Межлабораторные испытания

Международное совместное испытание с участием пятнадцати лабораторий из девяти стран было проведено на восьми образцах безводного молочного жира, полученных из Европы, Южной Африки и новой Зеландии. Восемь проб для испытаний были разделены на 16 дублирующих проб. Испытание было организовано Институтом им. Макса Рубнера (MRI), Департаментом безопасности и качества молока и рыбных продуктов (DE). Результаты, относящиеся к *S*-значениям, не имеют единиц измерения.

После тщательного рассмотрения результаты пяти лабораторий не были учтены из-за технических или методических причин. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с методологией [3]—[4]. Точные данные приведены в таблицах D.1—D.5.

Примечание — Подробные сведения о результатах межлабораторных испытаний приведены в [13].

Таблица D.1 — Результаты межлабораторных испытаний по формуле (3)

Формула соевого масла	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Количество участвующих лабораторий после отсева	10	10	8	8	10	8	9	9	
Среднее значение	99,89	99,72	99,78	99,60	99,75	99,23	100,18	100,62	
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,03	0,05	0,08	0,07	0,14	0,05	0,14	0,07	0,08
Коэффициент вариации повторяемости	0,03	0,05	0,08	0,07	0,14	0,05	0,14	0,07	0,08
Предел повторяемости r (2,8 S_r)	0,09	0,14	0,21	0,19	0,39	0,15	0,39	0,20	0,22
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,19	0,25	0,14	0,19	0,23	0,24	0,26	0,23	0,22
Коэффициент вариации воспроизводимости	0,19	0,25	0,14	0,19	0,23	0,24	0,26	0,23	0,22
Предел воспроизводимости R (2,8 S_R)	0,53	0,70	0,40	0,53	0,64	0,66	0,74	0,65	0,61

Таблица D.2 — Результаты межлабораторных испытаний по формуле (4)

Формула кокосового масла	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Количество участвующих лабораторий после отсева	9	10	9	10	10	9	10	10	
Среднее значение	99,84	99,87	99,93	99,60	99,91	100,11	99,87	99,89	
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,03	0,06	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03	0,04	0,04
Коэффициент вариации повторяемости	0,03	0,06	0,03	0,05	0,04	0,02	0,03	0,04	0,04
Предел повторяемости r (2,8 S_r)	0,09	0,16	0,10	0,14	0,12	0,06	0,08	0,12	0,11
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,06	0,11	0,11	0,09	0,09	0,24	0,10	0,07	0,09
Коэффициент вариации воспроизводимости	0,06	0,11	0,11	0,09	0,09	0,24	0,10	0,07	0,09
Предел воспроизводимости R (2,8S_R)	0,18	0,31	0,30	0,25	0,25	0,28	0,31	0,20	0,26

Таблица D.3 — Результаты межлабораторных испытаний по формуле (5)

Формула пальмового масла	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Количество участвующих лабораторий после отсева	9	10	9	8	10	9	9	9	
Среднее значение	100,58	99,83	100,04	99,98	100,36	99,12	102,02	101,71	
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,10	0,21	0,32	0,20	0,28	0,21	0,18	0,11	0,20
Коэффициент вариации повторяемости	0,10	0,21	0,32	0,20	0,28	0,21	0,18	0,10	0,20
Предел повторяемости r (2,8 S_r)	0,28	0,59	0,90	0,57	0,79	0,60	0,51	0,30	0,57
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,26	0,38	0,47	0,25	0,37	0,32	0,54	0,32	0,37
Коэффициент вариации воспроизводимости	0,26	0,38	0,47	0,25	0,37	0,32	0,53	0,32	0,36
Предел воспроизводимости R (2,8 S_R)	0,73	1,07	1,33	0,71	1,04	0,89	1,52	0,90	1,02

Таблица D.4 — Результаты межлабораторных испытаний по формуле (6)

Формула свиного жира	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Количество участвующих лабораторий после отсева	10	9	9	10	9	10	9	10	
Среднее значение	100,33	100,42	100,35	100,53	100,26	100,61	100,05	99,43	
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,09	0,06	0,13	0,06	0,10	0,10	0,12	0,15	0,10
Коэффициент вариации повторяемости	0,09	0,06	0,13	0,06	0,10	0,10	0,12	0,15	0,10
Предел повторяемости r (2,8 S_r)	0,26	0,17	0,37	0,16	0,27	0,29	0,34	0,41	0,28
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,13	0,13	0,13	0,16	0,10	0,15	0,12	0,16	0,14
Коэффициент вариации воспроизводимости	0,13	0,13	0,13	0,16	0,10	0,15	0,12	0,16	0,13
Предел воспроизводимости R (2,8 S_R)	0,36	0,36	0,37	0,45	0,27	0,43	0,34	0,45	0,38

Таблица D.5 — Результаты межлабораторных испытаний по формуле (7)

Общая формула	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Количество участвующих лабораторий после отсева	9	10	9	9	10	10	9	9	
Среднее значение	100,57	99,81	100,36	99,94	100,33	98,74	101,53	101,49	
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,14	0,29	0,33	0,34	0,31	0,21	0,16	0,11	0,24
Коэффициент вариации повторяемости	0,14	0,29	0,33	0,34	0,31	0,21	0,16	0,11	0,24
Предел повторяемости r (2,8 S_r)	0,40	0,81	0,91	0,95	0,86	0,58	0,46	0,32	0,66

Окончание таблицы D.5

Общая формула	Безводный молочный жир								Среднее
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,33	0,44	0,57	0,37	0,42	0,56	0,57	0,33	0,45
Коэффициент вариации воспроизводимости	0,33	0,44	0,57	0,37	0,42	0,56	0,56	0,33	0,45
Предел воспроизводимости R (2,8 S_R)	0,93	1,25	1,60	1,04	1,19	1,56	1,59	0,92	1,26

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] ISO 707:2008 | IDF 050:2008 Milk and milk products — Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководства по отбору проб)

[2] ISO 835:2007 Laboratory glassware — Graduated pipettes
(Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки мерные градуированные)

[3] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definition
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[4] ISO 5725-2:1994 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)

[5] BS 410 (все части) [1] Test sieves — Technical requirements and testing
(Сита контрольные. Технические требования и испытания)

[6] Precht, D. Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis. Kiel. Milchwirtsch. Forschungsber. 1991, 43, pp. 219—242
(Контроль отсутствия примеси в молочном жире посредством анализа триглицеридов методом газовой хроматографии)

[7] Precht, D. Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analyses. Fat Sci. Technol. 1991, 93, pp. 538—544
(Определение молочного жира с примесями посредством анализа жирных кислот и триглицеридов)

[8] Precht, D., Molkentin, J. Quantitative triglyceride analysis using short capillary columns. Chrompack News 1993, 4, pp. 16—17
(Количественный анализ триглицеридов с использованием короткой капиллярной колонки)

[9] Molkentin, J., Precht, D. Comparison of packed and capillary columns for quantitative gas chromatography of triglycerides in milk fat. Chromatographia 1994, 39, pp. 265—270
(Сравнение насадочной и капиллярной колонок для количественной газовой хроматографии триглицеридов в молочном жире)

[10] Molkentin, J., Precht, D. Equivalence of packed and capillary GC columns for detection of foreign fat in butter by use of the triglyceride formula method. Chromatographia 2000, 52, pp. 791—797
(Эквивалентность насадочной и капиллярной колонок для определения постороннего жира при помощи использования анализа триглицеридов методом газовой хроматографии)

[11] Molkentin, J., Precht, D. Representative determination of the butyric acid content in European milk fats. Milchwissenschaft 1997, 52, pp. 82—85
(Репрезентативное определение содержания масляной кислоты в молочном жире из Европы)

[12] Molkentin, J. Detection of foreign fat in milk fat from different continents by triacylglycerol analysis. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 2007, 109, pp. 505—510
(Определение постороннего жира в молочном жире из различных континентов методом анализа триглицеридов)

[13] Molkentin, J., Crawford, R. A. International collaborative study on the gas-liquid chromatographic method for the determination of milk fat purity in milk and milk products by analysis of triglycerides — Draft International Standard ISO 17678 | IDF 202. Bull. IDF 2009, (434), pp. 1—19
(Международные совместные исследования газожидкостного хроматографического метода определения отсутствия примеси в молочном жире молока и молочных продуктов посредством анализа триглицеридов)

[14] Povolo, M., Pelizzola, V., Contarini, G. Directly resistively heated-column gas chromatography for the evaluation of cow milk fat purity. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 2008, 110, pp. 1050—1057
(Газовая хроматография с прямым резистивным нагревом для оценки отсутствия примеси в молочном коровьем жире)

[1] Аналог ISO 3310 (все части).

УДК 637.12.055:547.915(083.74)(476) МКС 67.100.10 IDT

Ключевые слова: молочный жир, метод газовой хроматографии, триглицериды, примеси

БЗ 1—2020/74

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 13.12.2019. Подписано в печать 20.01.2020 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru