ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70238— 2022

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Метод идентификации состава жировой фазы и определение массовой доли молочного жира

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» (ФГАНУ «ВНИМИ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2022 г. № 702-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Отбор и подготовка проб к анализу 2
5 Условия проведения измерений 3
6 Определение массовой доли молочного жира 3
7 Определение числа Рейхерта-Мейссля 5
8 Определение триглицеридного состава жировой фазы молока и молочной продукции 9
9 Требования, обеспечивающие безопасность 13
10 Требования к оператору 14
Приложение А (справочное) Хроматограмма триглицеридного состава молочного жира с разделением по индивидуальным триглицеридам 15
Приложение Б (справочное) Триглицеридный состав молочного жира и смесей молочного жира с говяжьим жиром и пальмовым маслом 16

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Метод идентификации состава жировой фазы и определение массовой доли молочного жира

Milk and milk products. Method of identification of fat phase and determination of the mass fraction of milk fat

Дата введения — 2023—01—30

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочную продукцию (далее — продукты) и устанавливает следующие методы контроля фальсификации жировой фазы:

- определение массовой доли молочного жира в жировой фазе продукта;
- определение числа Рейхерта-Мейссля;
- определение триглицеридного состава жировой фазы продукта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

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

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

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

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

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6259 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13928 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу

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

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

Издание официальное

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

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

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

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

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

ГОСТ 32915—2014 Молоко и молочная продукция. Определение жирнокислотного состава жировой фазы методом газовой хроматографии

ГОСТ 33490—2015 Молоко и молочная продукция. Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 707 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 32915, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **число Рейхерта-Мейссля:** Числовой показатель, характеризующий содержание низкомолекулярных жирных кислот, растворимых в воде, и представляющий собой количество раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, необходимое для нейтрализации водорастворимых летучих жирных кислот, выделенных из 5 г жира.

4 Отбор и подготовка проб к анализу

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 13928, ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26809.2, ГОСТ Р ИСО 707.

Подготовка проб к анализу — по ГОСТ 32915—2014 (пункт 8.1).

4.2 Выделение жировой фазы продукта проводят по ГОСТ 32915—2014 (пункты 8.1 и 8.2) или ГОСТ 33490—2015 (разделы 6 и 7). Для последующего определения выделенная жировая фаза должна быть прозрачной без осадка.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:
температура окружающего воздуха . . . . . .(20 ± 5) °С;
относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
атмосферное давление . . . . . (95 ± 10) кПа.

6 Определение массовой доли молочного жира

Метод предназначен для определения массовой доли молочного жира в жировой фазе молокосодержащих продуктов с заменителем молочного жира, предположительно фальсифицированных молочных и молочных составных продуктов, кроме сливочного масла, масляной пасты, топленого масла, топленых смесей и спредов с применением метода газовой хроматографии.

Метод основан на определении массовых долей метиловых эфиров жирных кислот методом газовой хроматографии с последующим расчетом массовой доли молочного жира в жировой фазе продукта на основе массовой доли масляной кислоты или суммы масляной и миристиновой кислот в анализируемой пробе продукта.

Диапазон измерения массовой доли молочного жира от 1,0 % до 85,0 % включительно.

6.1 Определение жирно-кислотного состава жировой фазы продукта

Определение жирно-кислотного состава жировой фазы продукта проводят методом газовой хроматографии по ГОСТ 32915.

6.2 Обработка результатов измерений

6.2.1 Массовую долю молочного жира в жировой фазе продукта определяют расчетным методом по формулам (1) и (2) при обнаружении пониженной относительно среднего значения массовой доли метилового эфира масляной кислоты в анализируемой пробе жира, выделенного из продукта.

6.2.2 Массовую долю молочного жира в жировой фазе продукта X, %, в диапазоне значений от 1,0 % до 50,0 % включительно вычисляют по формуле

$$X = \frac{X_1}{X_2} \cdot 100, \quad (1)$$

где X_1 — массовая доля метилового эфира масляной кислоты в анализируемой пробе, %;

X_2 — среднее значение массовой доли метилового эфира масляной кислоты в молочном жире, %, равное 3,00.
Среднее значение массовой доли метилового эфира масляной кислоты в молочном жире, %, для сухих и сгущенных молокосодержащих консервов, для молокосодержащих кисломолочных и сквашенных продуктов, в том числе сметанного и творожного продукта, равно 2,8; для сырных продуктов, в том числе плавленых сырных продуктов, равно 2,6;

100 — коэффициент перевода в проценты.

Формулу (1) применяют при оценке состава жировой фазы продукта, если установленное методом газовой хроматографии значение массовой доли метилового эфира масляной кислоты в анализируемой пробе ниже по отношению к среднему значению показателя конкретной группы продукта.

6.2.3 Массовую долю молочного жира в жировой фазе продукта X_3, %, в диапазоне значений свыше 50,0 % вычисляют по формуле:

$$X_3 = {}^1/_2 \left[\frac{X_1}{X_2} + \frac{X_4}{X_5} \right] \cdot 100, \quad (2)$$

где X_4 — массовая доля метилового эфира миристиновой кислоты в анализируемой пробе, %;

X_5 — среднее значение массовой доли метилового эфира миристиновой кислоты в молочном жире, %, X_5 = 10,6;

100 — коэффициент перевода в проценты.

Формулу (2) применяют при оценке состава жировой фазы продукта, если установленное методом газовой хроматографии значение суммы массовой доли метилового эфира масляной кислоты и миристиновой кислоты в анализируемой пробе ниже по отношению к среднему значению показателя, установленному для конкретной группы продукта.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, округленное до первого десятичного знака.

6.2.4 Контроль точности результатов измерений

Метрологические характеристики метода определения массовой доли молочного жира при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли молочного жира в жировой фазе продукта	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Границы относительной погрешности $\pm \delta$
От 1,0 до 5,0 включ.	$0{,}20X_{ср}$	$0{,}32\ X'_{ср}$	23,0
Св. 5,0 до 40,0 включ.	$0{,}15X_{ср}$	$0{,}22\ X'_{ср}$	16,0
Св. 40,0 до 85,0 включ.	$0{,}08X_{ср}$	$0{,}14\ X'_{ср}$	10,0
$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, %. $X'_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %.			

6.3 Проверка приемлемости результатов измерений

6.3.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли молочного жира в жировой фазе анализируемого продукта, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных измерений массовой доли молочного жира в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

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

6.3.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли молочного жира в жировой фазе анализируемого продукта, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух измерений массовой доли молочного жира в анализируемом продукте, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

6.4 Оформление результатов измерения

Результат измерения массовой доли молочного жира в жировой фазе анализируемого продукта представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},\ \%,\ \text{при}\ P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, удовлетворяющих условию приемлемости по 6.3.1, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

7 Определение числа Рейхерта-Мейссля

Метод распространяется на молоко и молочную продукцию и устанавливает методику определения числа Рейхерта-Мейссля.

Метод предназначен для определения состава жировой фазы продукта при производственном контроле на предприятиях молочной промышленности.

7.1 Сущность метода

Метод основан на титровании водорастворимых летучих жирных кислот, выделенных из омыленного жира перегонкой с водяным паром, и определении числа Рейхерта-Мейссля.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,01 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Баня водяная термостатируемая или термостат, обеспечивающий поддержание температуры (55 ± 5) °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, или блендер (миксер) со стаканом вместимостью 250(500) $см^3$, или гомогенизатор (миксер) любой конфигурации.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1-1(2)-2-25-0,1, 1-1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба мерная 1(2)-100-2, 3(4)-100,110-2, 1(2)-1000-2, по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(2)-5, 1(2)-1(2)-1(2)-10, 1(2)-1(2)-1(2)-25 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(3)-25-2, 1(3)-50-2, 1(3)-100-2, 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-56—80, В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-100 ХС по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1(2)—250, Кн-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба круглодонная К-1—100—29/32, К-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—150, В-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Холодильник ХПТ-1 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кусочки фарфора или отрезки стеклянных трубок длиной 1—3 см, диаметром 0,5 см.

Палочки стеклянные оплавленные.

Шпатель металлический (фарфоровый).

н-Гексан, содержание основного вещества не менее 95 %.

Глицерин по ГОСТ 6259, ч. д. а.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, плотностью 1,83—1,84 г/см^3, ч. д. а., раствор массовой долей 5 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор массовой долей 25 %.

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор.

Хлороформ, содержание основного вещества не менее 95 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

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

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 25 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (31,80 ± 0,01) г гидроокиси натрия, приливают около 50 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре (4 ± 2) °С — не более 3 мес.

7.3.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c*(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c*(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 используют стандарт-титр гидроокиси натрия. Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к набору инструкцией.

Срок хранения раствора в плотно укупоренной посуде из темного стекла — не более 1 мес.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и установку его точной концентрации (поправочного коэффициента) допускается проводить по ГОСТ 25794.1.

7.3.3 Приготовление раствора серной кислоты массовой долей 5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 500 см^3 дистиллированной воды, добавляют 28 см^3 концентрированной серной кислоты и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (4 ± 2) °С — не более 12 мес.

7.3.4 Приготовление раствора фенолфталеина

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,00 ± 0,01) г фенолфталеина, приливают 70 см^3 этилового спирта и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре (4 ± 2) °С — не более 1 мес.

7.3.5 Подготовка исследуемого образца продукта

Для выделения жира отбирают пробу продукта, которая должна обеспечить выделение из нее не менее 5 г жира.

7.3.5.1 Выделение жира из масла сливочного, масляной пасты и спреда

В стакан вместимостью 150 см^3 помещают 50—70 г продукта. Стакан с образцом продукта помещают в термостат или водяную баню и выдерживают при температуре (55 ± 5) °С до разделения продукта на жир и молочную плазму.

Верхнюю жировую фракцию отделяют, аккуратно перелив ее в другой стакан, и фильтруют через сухой складчатый фильтр при той же температуре.

7.3.5.2 Выделение жира из молока и молочной продукции

К продукту, подготовленному по разделу 4, добавляют смесь хлороформа и этилового спирта, смешанные в соотношении 2:1 (*V*/*V*). В случае продукта со сложным сырьевым составом для выделения жировой фазы используют гексан. На одну часть продукта (по массе) используется примерно две части растворителя.

Смесь тщательно перемешивают блендером (миксером) на максимальных оборотах в течение 1—3 мин и фильтруют через складчатый бумажный фильтр, помещенный на воронку, в круглодонную колбу вместимостью 100—250 см^3. Круглодонную колбу присоединяют к ротационному испарителю и осторожно отгоняют весь растворитель из колбы при температуре водяной бани (68 ± 2) °С.

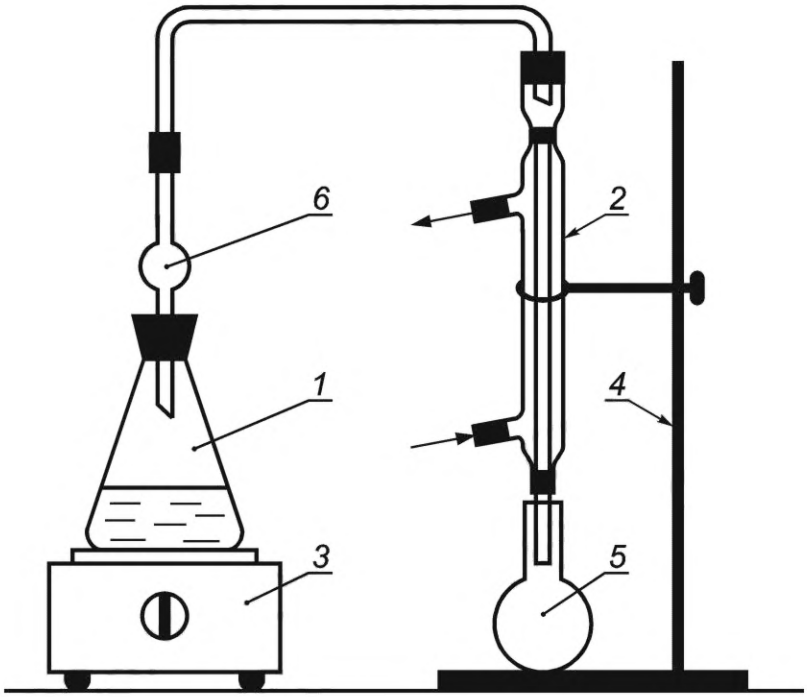
Затем круглодонную колбу отсоединяют от ротационного испарителя, помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение (120 ± 5) мин, охлаждают не в эксикаторе, но не допуская попадания влаги, до комнатной температуры.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 Пробу жира массой (5,5 ± 0,5) г, выделенного по 7.3.5, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 25 % (7.3.1) и 18 см^3 глицерина. Колбу нагревают на электроплитке до кипения. Кипение сопровождается сильным пенообразованием, поэтому колбу необходимо периодически снимать с электроплитки. Нагревание ведут до тех пор, пока смесь в колбе не станет прозрачной, что свидетельствует об окончании процесса омыления жира. Омыление, как правило, заканчивается в течение 15—20 мин.

7.4.2 После окончания омыления в колбу добавляют 90 см^3 дистиллированной воды температурой (85 ± 5) °С и перемешивают. Затем добавляют 50 см^3 раствора серной кислоты массовой концентрацией 5 % (см.7.3.3) и несколько кусочков фарфора или отрезки стеклянных трубочек. После этого колбу подсоединяют к холодильнику при помощи каплеуловителя и помещают на электрическую плитку (см. рисунок 1). В качестве приемника дистиллята используют мерную колбу вместимостью 110 см^3. Интенсивность нагрева регулируют таким образом, чтобы получить 110 см^3 дистиллята в течение 20—30 мин.

После того как будет получено точно 110 см^3 дистиллята, перегонку прекращают. Мерную колбу с дистиллятом охлаждают до комнатной температуры, дистиллят фильтруют через сухой гладкий плотно прилегающий к воронке бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см^3, дважды промывая фильтр дистиллированной водой порциями по 10—15 см^3.



1 — колба с исследуемым жиром; *2* — прямой холодильник; *3* — электроплитка с регулятором нагрева; *4* — штатив; *5* — колба для дистиллята; *6* — каплеуловитель

Рисунок 1 — Схема лабораторной установки для перегонки с водяным паром водорастворимых летучих низкомолекулярных кислот

7.4.3 К полученному по 7.4.2 фильтрату добавляют три — четыре капли раствора фенолфталеина (см. 7.3.4) и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 (см. 7.3.2) до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Число Рейхерта-Мейссля для анализируемого продукта *RM*, см^3, вычисляют по формуле

$$RM = \frac{V \cdot K \cdot 1{,}1 \cdot 5}{m}, \quad (3)$$

где V — объем гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование 100 см^3 дистиллята, см^3;

K — поправочный коэффициент (см. 7.3.2);

1,1 — коэффициент, учитывающий изменение объема дистиллята;

5 — коэффициент пересчета результата измерения на 5 г жира;

m — масса пробы жира, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

7.5.2 Значения числа Рейхерта-Мейссля для различных видов жиров и масел приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование продукта	Значение числа Рейхерта-Мейссля
Молочный жир	20,0—35,0
Говяжий жир	0,25—0,50
Пальмоядровое масло	4,0—7,0
Кокосовое масло	6,0—9,0
Пальмовое масло	0,1—1,5
Соевое масло	0,5—0,8
Свиной жир	0,2—0,9
Бараний жир	0,1—1,0
Заменитель молочного жира	0,5—9,0

Определение состава жировой фазы продукта проводят методом сравнения полученного значения числа Рейхерта-Мейссля, вычисленного по 7.5.1, со справочными данными, приведенными в таблице 2.

7.5.3 Контроль точности результатов измерений

Метрологические характеристики метода определения числа Рейхерта-Мейссля при доверительной вероятности P = 0,95:

- предел повторяемости $r_{отн}$ — 1,5 %;
- предел воспроизводимости $R_{отн}$ — 2,8 %;
- границы, относительной погрешности ±δ — 2,0 %.

7.6 Проверка приемлемости результатов измерений

7.6.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерения числа Рейхерта-Мейссля в анализируемом продукте, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных измерений, полученные в условиях повторяемости;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных измерений;

$r_{отн}$ — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 2, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

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

7.6.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерения числа Рейхерта-Мейссля в анализируемом продукте, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух измерений, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

$R_{отн}$ — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 2, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений, выполненных в условиях воспроизводимости.

Если данное условие не выполняется, то проводят процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

7.7 Оформление результатов измерения

Результат измерения числа Рейхерта-Мейссля в анализируемом продукте представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, удовлетворяющих условию приемлемости по 7.6.1;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений ($\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср,}$);

δ — границы относительной погрешности измерений, % (см. таблицу 2).

8 Определение триглицеридного состава жировой фазы молока и молочной продукции

Настоящая методика распространяется на молоко и молочную продукцию и устанавливает метод газовой хроматографии по определению триглицеридного состава жировой фазы продукта.

Диапазон измерения массовой доли триглицеридов в жировой фракции продукта от 0,01 % до 98,0 %.

8.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции липидов из пробы продукта с последующим прямым газохроматографическим определением содержания триглицеридов. Метод применяется для определения группового состава триглицеридов в жировой фракции продукта, а также для определения индивидуальных триглицеридов в жировой фракции продукта.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Хроматограф газовый лабораторный, включающий следующие элементы:

а) инжектор для капиллярных колонок с делителем потока;

б) термостат, обеспечивающий нагрев колонки до температуры не менее (370 ± 2) °С;

в) колонка хроматографическая[1)] длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной фазы 0,25 мкм, стационарной фазой — 65 % фенилметилсиликон;

г) детектор пламенно-ионизационный, с пределом детектирования $2 \cdot 10^{-12}$ гС/с, обеспечивающий нагрев температуры выше температуры колонки;

д) газ-носитель: гелий газообразный, ос. ч.;

е) вспомогательные газы:

1) водород технический по ГОСТ 3022, марки А или водород электролизный от генератора;

2) воздух по ГОСТ 17433 класса 0;

ж) программное обеспечение для обработки данных.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,001 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Баня водяная термостатируемая.

Испаритель ротационный.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне (50 ± 2) °С и (100 ± 2) °С.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, или блендер (миксер) со стаканом вместимостью 250(500) $см^3$, или гомогенизатор (миксер) любой конфигурации, позволяющий исключить потери пробы или поглощения влаги.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая число оборотов 50 $с^{-1}$.

Микрошприцы вместимостью 10 и 1 $мм^3$.

Пипетки 1—1—2—5, 1—1—2—10, 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1—100—2, 3—100—2, 1—250—2, 3—250—2 по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-1—250—29/32 ТС, Кн-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба круглодонная К-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки пластиковые с крышкой типа «Эппендорф» вместимостью 1,5 $см^3$.

Пробирки центрифужные П3-50(100) ХС по ГОСТ 25336 или пробирки центрифужные вместимостью 70—100 $см^3$, подходящие для применяемой центрифуги.

Стаканы В-1—250, В-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Палочки стеклянные оплавленные.

Шпатель металлический.

н-Гексан, содержание основного вещества не менее 95 %.

Эталонные смеси триглицеридов[2)] — набор индивидуальных триглицеридов в разных соотношениях.

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

[1)] В настоящем стандарте используется колонка хроматографическая RTX 65-TG capillary column производства Restek, США. Данная информация не является рекламой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого оборудования с аналогичными свойствами.

[2)] В настоящем стандарте используются сертифицированные стандарты триглицеридов производства Sigma-Aldrich, США — для определения индивидуальных триглицеридов в жировой части продукта используется сертифицированный стандарт Triglycerides in cocoa butter IRMM® certified Reference Material IRMM801-5G; для определения группового состава триглицеридов в жировой части продукта используется сертифицированный стандарт Anhydrous butter fat (triglycerides) BCR® certified Reference Material BCR519-2X5ML. Данная информация не является рекламой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других сертифицированных стандартов триглицеридов.

8.3 Подготовка к проведению измерений

Выделение жировой фазы продукта проводят по ГОСТ 32915, либо согласно методике, приведенной ниже.

8.3.1 Выделение жировой фракции из молока и молочной продукции

Анализируемую пробу продукта с массовой долей жира более 3 % объемом 100 $см^3$ помещают в две центрифужные пробирки (по 50 $см^3$ в каждую). Для продуктов с массовой долей жира менее 3 % объем пробы увеличивают в два раза. 200 $см^3$ пробы помещают в четыре центрифужные пробирки (по 50 $см^3$ в каждую).

Пробирки помещают в центрифугу и центрифугируют при 50 $с^{-1}$ в течение (15 ± 1) мин.

Для молока по окончании центрифугирования отбирают верхнюю жировую фракцию и помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$. Добавляют 150 $см^3$ гексана, аккуратно перемешивают блендером (миксером) на максимальных оборотах в течение 1 мин. Отделяют полученный гексановый слой с растворенным в нем жиром и переносят его в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$. Далее процедуру проводят по 8.3.3.

Для жидких кисломолочных продуктов декантируют отделившуюся сыворотку, а всю оставшуюся фракцию переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$, используя 150 $см^3$ гексана. Полученную смесь аккуратно перемешивают блендером (миксером) на максимальных оборотах в течение 1 мин, отделяют полученный гексановый слой с растворенным в нем жиром и переносят его в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$. Далее — по 8.3.3.

8.3.2 Выделение жировой фракции из молочной продукции (пастообразная, сухая, сгущенная и др.)

Пробу продукта помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ в количестве, обеспечивающем получение не менее 1 г жира: для продуктов с массовой долей жира более 15 % — масса пробы 20,0 г; для продуктов с массовой долей жира менее 15 % — масса пробы 50,0 г.

Добавляют 150 $см^3$ гексана, аккуратно перемешивают блендером (миксером) на максимальных оборотах в течение 1—3 мин, отделяют полученный гексановый слой с растворенным в нем жиром и полностью переносят его в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$.

8.3.3 Круглодонную колбу со смесью подсоединяют к ротационному испарителю и полностью отгоняют растворитель при температуре (70 ± 2) °С. Проводят экстракцию жировой фазы аналита.

8.3.4 (0,100 ± 0,001) г жировой фазы аналита, полученной по 8.3.3, растворяют в 2 $см^3$ гексана и проводят прямой газохроматографический анализ.

8.3.5 (0,100 ± 0,001) г эталонной смеси триглицеридов (см. 8.2) растворяют в 2 $см^3$ гексана и проводят прямой газохроматографический анализ.

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Работа с хроматографом — в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

8.4.2 Рекомендуемые условия анализа следующие:

- газ-носитель — водород, скорость потока газа-носителя — 1,8 $см^3$/мин;
- температура испарителей — 320 °С;
- температура детекторов — 370 °С;
- программирование температуры термостата колонок: от 100 °С до 370 °С со скоростью нагрева 5 °С/мин.

Общее время анализа приблизительно 35 мин.

В качестве идентификационной смеси используют эталонные смеси триглицеридов (см. 8.2).

Для управления режимами анализа, записи хроматограмм и обработки полученной информации используют программное обеспечение, прилагаемое к прибору.

8.4.3 В хроматограф вводят 1 $мм^3$ раствора эталонной смеси триглицеридов, растворенной в гексане, подготовленной по 8.3.5.

По полученной хроматограмме устанавливают время выхода пиков каждого триглицерида (С24:С54). Группа пиков соответствует идентифицируемому триглицериду. Пример хроматограммы приведен в приложении А.

8.4.4 Анализ эталонной смеси используют для определения коэффициента отклика (массовая доля, деленная на площадь фракции) триглицеридов и применяют их к последующим анализируемым пробам для испытания (см. 8.5.1):

$$f_i = \frac{w_i \cdot \Sigma A_i}{\Sigma w_i \cdot A_i}, \quad (4)$$

где w_i — массовая доля каждого триглицерида 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.

8.4.5 В хроматограф вводят 1 мм^3 раствора анализируемой пробы в гексане, подготовленной по 8.3.4. По полученной хроматограмме устанавливают время выхода группы пиков каждого триглицерида.

8.4.6 Хроматографический анализ пробы продукта и эталонной смеси триглицеридов проводят в одних и тех же условиях хроматографирования. Определяют время удерживания для триглицеридов, входящих в состав эталонной смеси, и сравнивают со временами удерживания триглицеридов анализируемого образца.

8.5 Обработка результатов измерений

8.5.1 Определение массовой доли отдельных триглицеридов

Массовую долю каждого триглицерида w_i (для i = С24, С26, С28, С30, С32, С34, С36, С38, С40, С42, С44, С46, С48, С50, С52 и С54), представленную в процентах от общего содержания триглицеридов в пробе для испытаний, рассчитывают по формуле:

$$w_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\Sigma(A_i \cdot f_i)} \cdot 100, \quad (5)$$

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

f_i — коэффициент отклика каждого триглицерида, определенный по формуле (4).

Результат округляют до двух десятичных знаков.

8.5.2 Расчет содержания примесей говяжьего жира и пальмового масла

8.5.2.1 Массовую долю говяжьего жира ГЖ, %, вычисляют по формуле:

$$ГЖ = 2{,}0355 - 1{,}2193w_{C38} - 2{,}9015w_{C44} + 0{,}8284w_{C48} + 0{,}953w_{C50} + \\ + 1{,}7163w_{C52} - 0{,}08638\ w_{C54}. \quad (6)$$

8.5.2.2 Массовую долю пальмового масла ПМ, %, вычисляют по формуле:

$$ПМ = 73{,}124 - 1{,}6494w_{C36} - 3{,}8981w_{C38} - 0{,}184w_{C40} - 0{,}9987w_{C48} + 0{,}7329w_{C50} + \\ + 0{,}6357w_{C52} + + 0{,}01135w_{C54}. \quad (7)$$

8.5.2.3 Диапазоны состава триглицеридов (ТАГ) молочного жира и примеры состава триглицеридов (ТАГ) образцов, содержащих смесь молочного и говяжьего жира, а также смесь молочного и пальмового масла, приведены в приложении Б.

8.5.3 Контроль точности результатов измерений

Метрологические характеристики метода определения массовой доли триглицерида жировой части продукта при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Диапазон измерений массовой доли триглицерида	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Границы относительной погрешности $\pm\delta$
Св. 0,01 до 5,0 включ.	$0{,}18X_{ср}$	$0{,}32X'_{ср}$	23,0
Св. 5,0	$0{,}09X_{ср}$	$0{,}15X'_{ср}$	12,0
$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, %. $X'_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %.			

8.6 Проверка приемлемости результатов измерений

8.6.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений триглицеридного состава жировой части анализируемого продукта, полученных в условиях повторяемости (два параллельных измерения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в 7.5.3, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

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

8.6.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений триглицеридного состава жировой фазы анализируемого продукта, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух измерений, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 3, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

8.7 Оформление результатов измерения

Результат измерения представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},\ \%,\ \text{при}\ P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, удовлетворяющих условию приемлемости по 8.6.1, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (см. 7.5.3).

9 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

10 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, прошедший обучение работе на газовых хроматографах и освоивший метод в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма триглицеридного состава молочного жира с разделением по индивидуальным триглицеридам

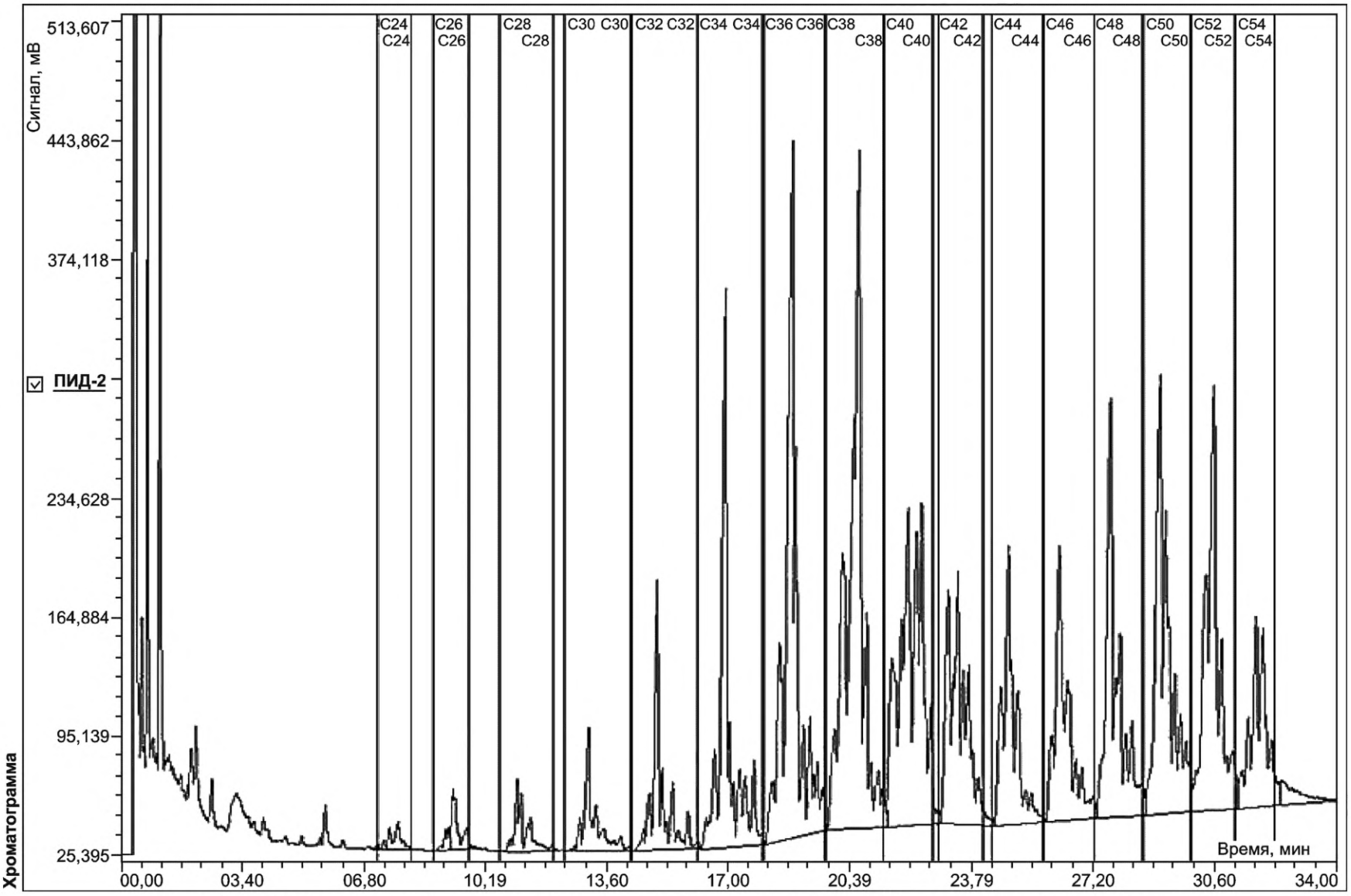


Рисунок А.1 — Хроматограмма триглицеридного состава молочного жира с разделением по индивидуальным триглицеридам

Приложение Б
(справочное)

Триглицеридный состав молочного жира и смесей молочного жира с говяжьим жиром и пальмовым маслом

Состав триглицеридов (ТАГ) молочного жира приведен в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %	Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %
С24	0,15—0,39	С40	9,02—13,01
С26	0,51—1,05	С42	6,57—7,57
С28	0,76—1,19	С44	4,52—7,04
С30	1,27—1,78	С46	5,01—6,59
С32	2,54—3,34	С48	6,51—10,04
С34	4,01—8,02	С50	8,06—12,08
С36	9,08—14,01	С52	7,08—11,02
С38	11,04—15,09	С54	2,01—4,07

Состав триглицеридов (ТАГ) образца, содержащего молочный и говяжий жир, приведен в таблице Б.2.

Таблица Б.2

Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %	Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %
С24	—	С40	8,02
С26	0,63	С42	4,55
С28	0,57	С44	3,99
С30	1,14	С46	5,11
С32	2,04	С48	9,40
С34	4,50	С50	15,31
С36	8,47	С52	18,87
С38	10,21	С54	8,56

Подставляем значения массовой доли каждого триглицерида в формулу (6):

$$ГЖ = 2,0355 – 1,2193 \cdot 10,21 – 2,9015 \cdot 3,99 + 0,8284 \cdot 9,40 + 0,953 \cdot 15,31 +$$

$$+ 1,7163 \cdot 18,87 – 0,08638 \cdot 8,56 = 32,03\ \%.$$

Получаем массовую долю говяжьего жира в %.

Состав триглицеридов (ТАГ) образца, содержащего молочный жир и пальмовое масло, приведен в таблице Б.3.

Таблица Б.3

Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %	Состав триглицеридов (ТАГ)	Массовая доля, %
С24	0,14	С40	5,55
С26	0,45	С42	3,15
С28	0,60	С44	3,00
С30	0,77	С46	4,20
С32	1,49	С48	9,95
С34	3,39	С50	24,72
С36	6,75	С52	22,07
С38	7,25	С54	7,53

Подставляем значения массовой доли каждого триглицерида в формулу (7):

$$ПМ = 73,124 – 1,6494 \cdot 6,75 – 3,8981 \cdot 7,25 – 0,184 \cdot 5,55 – 0,9987 \cdot 9,95 + \\ + 0,7329 \cdot 24,72 + 0,6357 \cdot 22,07 + 0,01135 \cdot 7,53 = 55,00\ \%.$$

Получаем массовую долю пальмового масла в %.

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, молочная продукция, триглицериды, массовая доля молочного жира, число Рейхерта-Мейссля, метод газовой хроматографии

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.07.2022. Подписано в печать 11.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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