ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 1211-2008

МОЛОКО

Определение содержания жира гравиметрическим методом (контрольный метод)

МАЛАКО

Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам (кантрольны метад)

(ISO 1211:1999, IDT)

Издание официальное

БЗ 9-2008



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.1.043(083.74)(476) МКС 67.100.10 КП 03 IDT
Ключевые слова: молоко, содержание жира, метод определения жира

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)
ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 декабря 2008 г. № 66

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1211:1999 Milk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method) (Молоко. Определение содержания жира гравиметрическим методом (контрольный метод).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Продукты пищевые сельскохозяйственные», подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты», Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной организацией (IDF) совместно с Американской организацией химиков-аналитиков (AOAC INTERNATIONAL).

Перевод с английского языка (en).

В стандарт внесены редакционные изменения, выделенные в тексте курсивом.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылочный международный стандарт актуализирован.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

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

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка исследуемых образцов 3
9 Методика 3
9.1 Испытуемая проба 3
9.2 Контрольные опыты 3
9.3 Подготовка емкости для сбора жира 4
9.4 Определение 4
10 Обработка и представление результатов 6
10.1 Обработка результатов 6
10.2 Представление результатов 6
11 Прецизионность 7
11.1 Межлабораторное определение 7
11.2 Повторяемость 7
11.3 Воспроизводимость 7
12 Протокол испытаний 7
Приложение А (справочное) Примечания к методам 8
Приложение В (справочное) Альтернативный метод с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлениями для промывания 10
Библиография 13

Введение

Предупреждение. При применении настоящего стандарта могут использоваться вредные вещества, опасные процессы и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и охраны здоровья, а также установление соответствующих ограничений по применению настоящего стандарта несет пользователь.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МОЛОКО
Определение содержания жира гравиметрическим методом (контрольный метод)

МАЛАКО
Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам (кантрольны метад)

Milk
Determination of fat content gravimetric method (reference method)

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения жира в молоке. Метод применим к сырому и обработанному молоку, частично обезжиренному молоку и обезжиренному молоку, в котором незаметно разделение или не произошло расщепления жира (см. примечания в разделе 8).

Примечание – Если требуется более точный метод для обезжиренного молока, например, чтобы установить эффективность работы сепараторов сливок, должен применяться специальный метод для обезжиренных продуктов, описанный в ISO 7208.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 3889:2006 Молоко и молочные продукты. Технические условия на колбы типа Можонье для экстрагирования жира.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание жира в молоке (fat content of milk): Массовая доля веществ, определенная по методу, описанному в настоящем стандарте.

Примечание – Содержание жира выражается как массовая доля, в процентах [(% (m/m)].

4 Сущность метода

Аммиачно-спиртовой раствор испытуемой пробы экстрагируют с помощью диэтилового эфира и петролейного эфира. Растворители удаляют перегонкой или выпариванием. Определяют массу экстрагируемых веществ.

Примечание – Метод известен как метод Розе-Готлиба.

5 Реактивы

Применять реактивы только установленной аналитической квалификации и дистиллированную или деминерализованную воду эквивалентной чистоты.

Издание официальное

5.1 Аммиачный раствор, массовая доля NH_3 приблизительно 25 % (ρ_{20} = 910 г/л[1)]).

Примечание – Если нет в наличии аммиачного раствора такой концентрации, можно использовать более концентрированный раствор (см. 9.4.1).

5.2 Этанол или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола не менее 94 % (см. А.5).

5.3 Раствор Конго красный

Растворяют 1 г реактива Конго красного в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл[1)] (6.14). Разбавляют до метки водой.

Примечание – Применение данного раствора, который позволяет видеть более четко границу раздела между слоями растворителя и воды, необязательно (см. 9.4.2). Могут применяться другие водные цветные растворы, если они не оказывают влияния на результат определения.

5.4 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), свободный от перекисей (А.3), содержащий не более 2 мг/кг антиоксидантов, и удовлетворяющий требованиям контрольного опыта (см. 9.2.2, А.1 и А.4).

Примечание – Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Допускается заменять диэтиловый эфир другим реактивом, если он не оказывает влияния на результат определения.

5.5 Петролейный эфир, с диапазоном кипения температур от 30 °С до 60 °С, в качестве эквивалента пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) с температурой кипения 36 °С, удовлетворяющий требованиям контрольного опыта (см. 9.2.2, А.1 и А.4).

Примечание – Применение пентана рекомендуется из-за его высокой чистоты и стабильного качества.

5.6 Растворитель смешанный

Перед применением смешать в равных объемах диэтиловый эфир (5.4) и петролейный эфир (5.5).

6 Оборудование

Предупреждение. Все работающие электрические приборы должны соответствовать правилам относительно безопасности при использовании таких растворов, так как при определении используются огнеопасные летучие растворители.

6.1 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 1 мг и ценой деления шкалы 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная удерживать колбы для экстрагирования жира или пробирки (6.6) с частотой вращения от 500 мин$^{-1}$ до 600 мин$^{-1}$, с радиальным ускорением 784 – 882 м/с^2 (80 – 90 g) с наружной стороны колб или пробирок.

Примечание – Применение центрифуги не обязательно, но рекомендовано (см. 9.4.5).

6.3 Аппарат для перегонки или выпаривания, для перегонки растворителей и этанола из колбы для перегонки или конической колбы, или выпаривания из стаканов и чаш (см. 9.4.12) при температуре не выше 100 °С.

6.4 Шкаф сушильный электрический, с открытыми вентиляционными отверстиями, поддерживающий в его рабочей области температуру (102 ± 2) °С.

Шкаф должен иметь соответствующий термометр.

6.5 Водяная баня, поддерживающая температуру 35 °С – 40°С.

6.6 Колбы Можонье для экстрагирования жира, описанные в ISO 3889.

Примечание – Возможно применять пробирки для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания, но в этом случае методика будет отличаться. Альтернативная методика описана в приложении В.

Колбы для экстрагирования жира должны быть снабжены корковыми пробками хорошего качества или стопорами из других материалов [например, силиконовая резина или полиэтилентерефталат (ПЭТФ)], не взаимодействующих с применяемыми реагентами. Корковые пробки должны быть обработаны диэтиловым эфиром (5.4), выдержаны в воде при температуре 60 °С или более в течение не менее 15 мин, и затем охлаждены в воде для насыщения водой перед использованием.

6.7 Подставка, удерживающая колбы для экстрагирования жиров (или пробирок) (6.6).

6.8 Приспособление для промывания, подходящая для применения смешанных растворителей (5.6). Не следует использовать пластмассовые приспособления для промывания.

[1)] 1 л = 1 дм^3; 1 мл = 1 см^3

6.9 Емкости для сбора жира, такие как колбы для перегона (плоскодонные) вместимостью от 125 мл до 250 мл, конические колбы вместимостью 250 мл или металлические чаши.

Если применяются металлические чаши, то они должны быть из нержавеющей стали, плоскодонные с диаметром от 80 мм до 100 мм и высотой приблизительно 50 мм.

6.10 Материал, облегчающий кипение, обезжиренный, непористый фарфор или карборунд (при использовании металлических чаш можно не применять).

6.11 Цилиндры мерные вместимостью 5 мл и 25 мл.

6.12 Пипетки градуированные вместимостью 10 мл.

6.13 Держатели, изготовленные из металла, для удерживания колб, стаканов и чаш.

6.14 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 мл.

7 Отбор проб

В настоящем стандарте процедура отбора проб не описана. Рекомендуемый метод отбора приведен в ISO 707*.

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая действительно является представительной и не была повреждена во время транспортировки или хранения.

Пробы хранят с момента отбора при температуре от 2 °С до 6 °С.

8 Подготовка испытуемой пробы

Нагревают испытуемую пробу до температуры 35 °С – 40 °С на водяной бане (6.5). Осторожно перемешивают пробу, тщательно переворачивая емкость с пробой, не вызывая вспенивания или сбивания молочного жира. Быстро охлаждают пробу до температуры примерно 20 °С. Пробы, вызывающие сбивание молочного жира, не следует охлаждать, так как эти пробы должны быть взвешены при температуре 30 °С – 40 °С (9.1).

Если однородные пробы могут быть получены без предварительного подогрева до температуры 35 °С – 40 °С (например, для образцов обезжиренного молока), необходимо проделать следующее:

– доводят испытуемую пробу до температуры 20 °С. Тщательно перемешивают, чтобы обеспечить однородную смесь жира во всей пробе. Не следует встряхивать пробу сильно, так как произойдет вспенивание молока или сбивание молочного жира.

Примечание – Действительное значение содержания жира нельзя получить, если:

а) произошло сбивание молочного жира;

в) четко ощутим явный запах свободных жирных кислот;

с) если во время или после подготовки пробы на стенках пробирки с пробой видны белые частицы или на поверхности пробы плавают жирные капли.

9 Методика

Примечание 1 – Для проверки методики на соответствие пределу повторяемости (11.2), выполняют два определения в соответствии с 9.1 – 9.4.

Примечание 2 – Альтернативная методика с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания (см. 6.6 примечание) описана в приложении Б.

9.1 Испытуемая проба

Перемешивают пробу (раздел 8) осторожно переворачивая флакон три или четыре раза. Незамедлительно взвешивают 10 – 11 г испытуемой пробы (непосредственно или путем вычитания в колбе для экстракции жира) с точностью до 1 мг.

Переносят навеску по возможности полностью в малый сосуд колбы для экстрагирования жира.

9.2 Контрольные опыты

9.2.1 Контрольный опыт для проверки метода

Контрольный опыт выполняют одновременно с анализом пробы, используя тот же метод и те же реактивы, но заменяя испытуемую пробу в 9.4.1 водой (10 мл) (А.2).

---

* В Республике Беларусь отбор проб проводят по ГОСТ 26809, ГОСТ 13928.

Если значение, полученное в соответствии (10.1), при проведении контрольного опыта постоянно превышает 1,0 мг, следует проверить реактивы (9.2.2). Поправки более 2,5 мг должны быть отмечены в протоколе испытаний.

9.2.2 Контрольный опыт для проверки реактивов

Для проверки качества реактивов выполняют контрольный опыт по 9.2.1. Дополнительно используют пустую емкость для сбора жира, подготовленную по 9.3, с целью контроля массы. Реактивы не должны оставлять осадок более 1,0 мг (см. А.1).

Если масса осадка в контрольном опыте больше, чем 1,0 мг, необходимо определить количество осадка растворителей отдельно путем перегонки 100 мл диэтилового эфира (5.4) и петролейного эфира (5.5) соответственно. Для получения действительной массы осадка, которая должна быть не более 1,0 мг, используют пустую емкость для сбора жира, подготовленную для контрольных целей как описано выше.

Растворители могут содержать летучее вещество, которое прочно удерживается жиром. Если существуют индикаторы присутствия таких веществ, необходимо выполнить контрольный опыт на всех реактивах и для каждого растворителя использовать емкость для сбора жира, содержащую около 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Растворители используют сразу после повторной перегонки.

Заменяют некачественные реактивы, растворители или реактивы после повторной перегонки.

9.3 Подготовка емкости для сбора жира

Сушат емкость для сбора жира (6.9) с добавлением материала, облегчающего кипение (6.10), в сушильном шкафу при температуре 102 °С в течение 1 ч.

Примечание 1 – Материалы, облегчающие кипение, необходимы, чтобы поддерживать плавное кипение во время последующего удаления растворителей, особенно если используются стеклянные емкости для сбора жира; можно использовать металлические чаши.

Следует защитить емкость для сбора жира от пыли и охладить до температуры весовой комнаты (стеклянную емкость для сбора жира – не менее 1 ч, металлическую чашу – не менее 30 мин).

Примечание 2 – Не следует помещать емкость для сбора жира в эксикатор, чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерно длительного времени охлаждения.

Используют держатели (6.13) для размещения емкости для сбора жира на весах. Емкость для сбора жира взвешивают с точностью до 1,0 мг.

Примечание 3 – Предпочтительно использовать держатели, чтобы избежать, в частности, температурных изменений.

9.4 Определение

9.4.1 Выполняют определение незамедлительно.

Добавляют в колбу для экстрагирования жира к испытуемой пробе 2 мл раствора аммиака (5.1) или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (5.1). Тщательно перемешивают с испытуемой пробой в малом сосуде колбы для экстрагирования.

9.4.2 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно перемешивают, чтобы содержимое колбы для экстрагирования текло в прямом и обратном направлении между малым и большим сосудом. Избегают попадания близко к горлышку колбы. По желанию можно добавить 2 капли раствора Конго красного (5.3).

9.4.3 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закрывают колбу корковой пробкой, смоченной водой или пробкой из другого материала, смоченного водой (6.6). Встряхивают в течение 1 мин, но не сильно, чтобы избежать образования стойких эмульсий.

Во время встряхивания следует держать колбу для экстрагирования жира в горизонтальном положении с малым сосудом, направленным вверх, периодически давая возможность жидкости перетекать из большого сосуда в малый. При необходимости охлаждают колбу в проточной воде до комнатной температуры. Аккуратно достают пробку и промывают ее и горлышко колбы небольшим количеством растворителя (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8) для того, чтобы промывная жидкость стекала в колбу.

9.4.4 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.5). Закрывают колбу для экстрагирования повторно увлажненной пробкой (окуная ее в воду). Осторожно смешивают в течение 30 с как описано в 9.4.2. Продолжают встряхивать колбу как описано в 9.4.3.

9.4.5 Центрифугируют закрытую колбу в течение 1 – 5 мин с ускорением 784 – 882 м/с^2 (80 – 90 g). Если нет центрифуги, следует поставить закрытую колбу в подставку (6.7) и выдержать 30 мин до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от слоя воды. При необходимости охлаждают колбу в проточной воде до комнатной температуры.

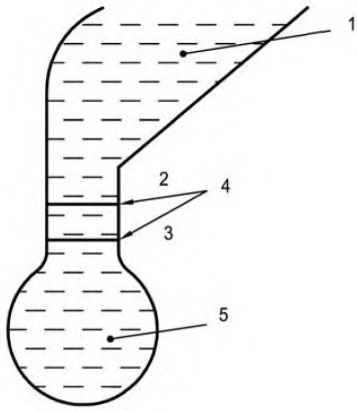
9.4.6 Аккуратно открывают пробку и ополаскивают ее и горловину колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8) для того, чтобы промывная жидкость стекала в колбу. Если граница раздела между слоями находится в нижней части основания колбы, для облегчения декантации раствора можно поднять ее слегка выше этого уровня, осторожно добавляя воду (см. рисунок 1).

Примечание – На рисунках 1 и 2 выбран один из трех типов колб, описанных в ИСО 3889, но это не означает его преимущество перед другими типами.

9.4.7 Удерживая колбу с помощью держателя (при необходимости можно применять металлические чаши), тщательно декантируют поверхностный слой из колбы для перегонки или конической колбы в приготовленную емкость для сбора жира (9.3), содержащую материал, облегчающий кипение (6.10). Необходимо избегать декантации какого-либо водного слоя (см. рисунок 2).

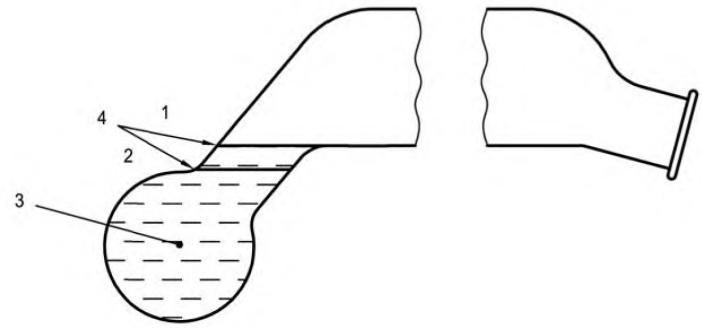
9.4.8 Ополаскивают наружную поверхность горловины колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Промывную жидкость собирают в емкость для сбора жира. Необходимо избегать растекания смешанного растворителя по наружной поверхности колбы. По желанию, можно удалить растворитель или часть его из емкости для сбора жира при перегонке или выпаривании, как описано в 9.4.12.

9.4.9 Добавляют 5 мл этанола (5.2) к содержимому колбы для экстрагирования. Используя этанол ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы и перемешивают как описано в 9.4.2.



1 – растворитель;
2 – при второй и третьей экстракции;
3 – при первой экстракции;
4 – граница раздела;
5 – слой воды

Рисунок 1 – До декантации



1 – при второй и третьей экстракции;
2 – при первой экстракции;
3 – слой воды;
4 – граница раздела

Рисунок 2 – После декантации

9.4.10 Второе экстрагирование выполняют, повторяя операции 9.4.3 – 9.4.7 и добавляя вместо 25 мл диэтилового эфира (5.4) только 15 мл, а также 15 мл петролейного эфира (5.5). При использовании диэтилового эфира ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы для экстрагирования.

При необходимости слегка поднимают границу раздела до середины основания колбы, осторожно добавляя воду (рисунок 1), чтобы облегчить декантацию раствора (рисунок 2).

9.4.11 Третье экстрагирование выполняют без добавления этанола, повторяя операции, описанные в 9.4.3 – 9.4.7. Используют только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). Используя диэтиловый эфир, ополаскивают внутреннюю сторону горловины колбы.

При необходимости слегка поднимают границу раздела до середины основания колбы, осторожно добавляя воду (см. рисунок 1), чтобы облегчить декантацию раствора (см. рисунок 2).

Примечание – Третье экстрагирование можно не проводить для молока с содержанием жира менее 0,5 %.

9.4.12 Удаляют растворители (включая этанол) по возможности полностью из емкости для сбора жира перегонкой, если используют перегонную или коническую колбу, или выпариванием, если используют стакан или чашу (6.3). Ополоскивают внутреннюю поверхность горловины конической колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6) перед началом перегонки.

9.4.13 Емкость для сбора жира (колбу для перегонки или коническую колбу) помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф при температуре 102 °С и выдерживают 1 ч (для улетучивания паров растворителей). Извлекают емкость для сбора жира из сушильного шкафа и немедленно проверяют, будет ли жир чистый. Если жир предполагает наличие посторонних примесей, всю процедуру следует повторить. Если жир чистый, защищают емкость от пыли и охлаждают до температуры весовой комнаты (стеклянную емкость – примерно 1 ч, металлическую чашу – минимум 30 мин).

Не следует протирать емкость для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Для установления емкости на весы используют держатели (6.13). Взвешивают емкость с точностью до 1,0 мг.

9.4.14 Емкость для сбора жира помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф при температуре 102 °С и выдерживают 30 мин. Охлаждают и взвешивают повторно как описано в 9.4.13. При необходимости повторяют нагревание и взвешивание пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями не уменьшится до 1 мг или начнет увеличиваться. Записывают минимальную массу как массу емкости для сбора жира и экстрагируемого вещества.

10 Обработка и представление результатов

10.1 Обработка результатов

Рассчитывают содержание жира в пробе, используя следующую формулу:

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

где w_f – массовая доля жира в пробе, %;

m_0 – масса испытуемой пробы (9.1), г;

m_1 – масса емкости для сбора жира и экстрагированного вещества, определенная по 9.4.14, г;

m_2 – масса подготовленной емкости для сбора жира (9.3), г;

m_3 – масса емкости для сбора жира, используемая в контрольном опыте (9.2) и какого-либо экстрагируемого вещества, определенного в 9.4.14, г;

m_4 – масса емкости для сбора жира (9.3), используемая в контрольном опыте (9.2), г.

10.2 Представление результатов

Результат округляют до двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное определение

Подробности межлабораторного определения прецизионности метода в соответствии с ISO 5725[1)] опубликованы в [6] и [7].

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости выражаются для 95 % доверительного уровня и не могут применяться для областей концентраций и матриц, отличных от данных.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании в течение короткого промежутка времени не должна быть (не больше, чем в 5 % случаев) более массовой доли:

– 0,02 % для сырого и обработанного молока;
– 0,02 % для молока с массовой долей жира от 0,5 % до 2 %;
– 0,01 % для молока с массовой долей жира менее 0,5 %.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не должна быть (не больше, чем в 5 % случаев) более массовой доли:

– 0,04 % для сырого и обработанного молока;
– 0,03 % для молока с массовой долей жира от 0,5 % до 2 %;
– 0,025 % для молока с массовой долей жира менее 0,5 %.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

– всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
– метод отбора проб, если он известен;
– используемый метод со ссылкой на настоящий стандарт;
– все детали, не описанные в настоящем стандарте, или не обязательные, вместе с подробностями любых непредвиденных случайностей, которые могут повлиять на результат (ы) анализа;
– внесенные поправки, если в контрольном опыте получено значение более 2,5 мг;
– полученные результаты; или окончательный заявленный результат, если была проверена повторяемость.

[1)] ISO 5725:1986 (в настоящее время отменен) ранее использовался для получения данных по прецизионности

Приложение А
(справочное)

Примечания к методам

А.1 Контрольный опыт для проверки реактивов (9.2.2)

При проведении контрольного опыта для контроля массы должна быть использована такая емкость для сбора жира, чтобы из-за изменений в атмосферных условиях весовой комнаты или тепловых воздействий на емкость для сбора жира ошибочно не было предположено присутствие или отсутствие нелетучего вещества в экстракте реактивов. Такая емкость для сбора жира может быть использована как уравновешивающая емкость, если используются весы, имеющие две чашки. В противном случае должно учитываться отклонение массы ($m_3 - m_4$ по 10.1) емкости для сбора жира при контроле, если в контрольном опыте проводится проверка массы емкости для сбора жира. Поэтому изменение массы емкости для сбора жира, скорректированной по изменению массы емкости для сбора жира при контрольном методе, не должно превышать 1,0 г.

Растворители могут содержать летучее вещество, которое прочно удерживается в жире. Если существуют индикаторы присутствия таких веществ, необходимо выполнить контрольную проверку для всех реактивов и для каждого растворителя используя емкость для сбора жира и около 1 г безводного молочного жира. При необходимости растворители повторно перегоняют в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Использовать растворители необходимо сразу после повторной перегонки.

А.2 Контрольный опыт, выполняемый одновременно с определением (см. 9.2.1)

Значение, полученное при проведении контрольного опыта, выполняемого одновременно с определением, дает возможность корректировать присоединенную массу веществ, экстрагированных из испытуемой пробы ($m_1 - m_2$), с учетом присутствия любого нелетучего вещества, полученного из реактивов, а также любого изменения атмосферных условий в весовой комнате или температурных отличий емкости для сбора жира в весовой комнате при двух взвешиваниях (см. 9.4.14 и 9.3).

При благоприятных условиях (низкое значение, полученное в контрольном методе при проверке реактивов, постоянная температура в весовой комнате, достаточное время охлаждения емкости для сбора жира) это значение будет меньше 1,0 мг и может быть проигнорировано в расчете в случае постоянных определений. Немного завышенные значения (положительные или отрицательные) до 2,5 мг также часто не принимаются в расчет. После корректировки таких значений результаты будут точными. Если вносятся поправки более 2,5 мг, то это должно быть отмечено в протоколе (раздел 12).

Если значение, полученное в контрольном опыте, постоянно превышает 1,0 мг, то реактивы должны быть проверены. Любые реактивы с примесями необходимо заменить или очистить (см. 9.2.2 и А.1).

А.3 Исследование на наличие перекисей

Для исследования перекисей необходимо к 10 мл диэтилового эфира в малый стеклянной цилиндр с притертой пробкой, предварительно промытый эфиром, добавляют 1 мл свежеприготовленного раствора йодида калия концентрацией 100 г/л. Встряхивают цилиндр и оставляют на 1 мин. Слой диэтилового эфира не должен при этом желтеть.

Для определения перекисей могут быть использованы другие методы.

Чтобы гарантировать, что диэтиловый эфир свободен от перекисей, необходимо обработать диэтиловый эфир по крайней мере за 3 дня перед применением следующим образом:

– разрезают цинковую фольгу на полоски, которыми заполнят наполовину бутыль, содержащую диэтиловый эфир, используя приблизительно 80 мл фольги на 1 л диэтилового эфира.

Перед использованием полностью погружают полоски фольги на 1 мин в раствор, содержащий 10 г пятиводного сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и 2 мл концентрированной серной кислоты (98 % массовой доли).

Осторожно, но полностью промывают полоски водой, помещают мокрые покрытые медью полоски в бутыль, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют полоски в бутыли.

Могут быть использованы другие методы, если они не оказывают воздействия на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

В некоторых странах применяют диэтиловый эфир, содержащий около 1 мг антиоксидантов на килограмм, который главным образом используется для определения жира.

Иногда применяется диэтиловый эфир с более высоким содержанием антиоксидантов, например, до 7 мг/кг. Такой эфир должен применяться в постоянных определениях с обязательным контрольным определением, выполняемым одновременно с определением, чтобы исправить систематические погрешности из-за осадков антиоксидантов.

А.5 Этанол

Этанол, денатурированный не с помощью метанола, а каким-то другим способом, может быть использован при условии, что денатурат не оказывает влияния на результат определения.

Приложение В
(справочное)

Альтернативный метод с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлениями для промывания

В.1 Основные положения

Если используются пробирки для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания, необходимо применять методику, описанную в настоящем приложении. Пробирки должны быть снабжены корковыми пробками хорошего качества или стопорами, описанными в 6.6 (пример приведен на рисунке В.1).

В.2 Методика

В.2.1 Приготовление испытуемого образца

См. раздел 8.

В.2.2 Испытуемая проба

Подготавливают как описано в 9.1, используя пробирки для экстракции жира (см. 6.6 примечание и В.1).

Испытуемая проба должна быть помещена на дно пробирки для экстракции жира.

В.2.3 Контрольный опыт

См. 9.2 и А.2.

В.2.4 Подготовка емкости для сбора жира

См. 9.3.

В.2.5 Определение

В.2.5.1 Измерение выполняют незамедлительно.

Добавить 2 мл раствора аммония (5.1) к испытуемой пробе в пробирку для экстракции жира (В.2.2), или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммония (5.1). Тщательно перемешивают с предварительно обработанной испытуемой пробой на дне пробирки для экстракции жира.

В.2.5.2 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно смешивают со смесью в пробирке для экстракции жира. По желанию добавляют 2 капли раствора Конго красного.

В.2.5.3 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закрывают пробирку для экстракции жира пробкой, пропитанной водой, или стопором из другого материала, смоченного водой (6.6). Встряхивают пробирку сильно, но не чрезмерно, поворачивая несколько раз в течение 1 мин, избегая образования стойких эмульсий. При необходимости охлаждают пробирку в проточной воде. Осторожно удаляют пробку или стопор и промывают ее и горловину пробирки небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8), чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.

В.2.5.4 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.5). Закрывают пробирку для экстракции жира повторно увлажненной (окунанием) пробкой или стопором. Осторожно встряхивают пробирку в течение 30 с, как описано в В.2.5.3.

В.2.5.5 Обрабатывают на центрифуге (6.2) закрытую пробирку для экстракции жира в течение 1 – 5 мин при радиальном ускорении 784 – 882 м/с^2 (80 – 90 g). Если нет центрифуги, закрытую пробирку оставляют в подставке (6.7) на время не менее 30 мин до тех пор, пока поверхностный слой станет чистым и четко отделится от слоя воды. При необходимости охлаждают пробирку в проточной воде до комнатной температуры.

В.2.5.6 Осторожно удаляют пробку или стопор и промывают ее и горловину пробирки небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8), чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.

В.2.5.7 Вставляют сифонное приспособление или приспособление для промывания в пробирку. Нажимают вниз длинную внутреннюю трубку приспособления пока ввод окажется приблизительно на 4 мм выше границы раздела между слоями. Внутренняя трубка приспособления должна быть параллельна осевой линии пробирки для экстракции жира.

Осторожно переносят поверхностный слой из пробирки для экстракции жира в емкость для сбора жира (9.3), содержащую материалы, облегчающие кипение (6.10), если используются перегонные или конические колбы (можно применять металлические чаши). Избегают переноса какого-либо водного слоя. Ополаскивают выходное отверстие приспособления небольшим количеством смешанного растворителя, собирая промывную жидкость в емкость для сбора жира.

Примечание – Поверхностный слой можно перенести из пробирки для экстракции жира используя, например, резиновую грушу, прикрепленную к короткому стержню.

В.2.5.8 Отсоединяют приспособление от горловины пробирки для экстракции жира. Слегка поднимают приспособление и промывают нижнюю часть его длинной внутренней трубки небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Опускают и переустанавливают приспособление и переносят промывную жидкость в емкость для сбора жира.

Промывают выходное отверстие приспособления небольшим количеством смешанного растворителя снова, собирая промывную жидкость в емкость для сбора жира. По желанию можно удалить растворитель или часть его из емкости для сбора жира перегонкой или выпариванием, как описано в 9.4.13.

В.2.5.9 Повторно отсоединяют приспособление от горловины. Слегка поднимают приспособление и добавляют 5 мл этанола к содержимому пробирки для экстракции жира. Используя этанол, промывают длинную внутреннюю трубку приспособления. Смешивают по В.2.5.2.

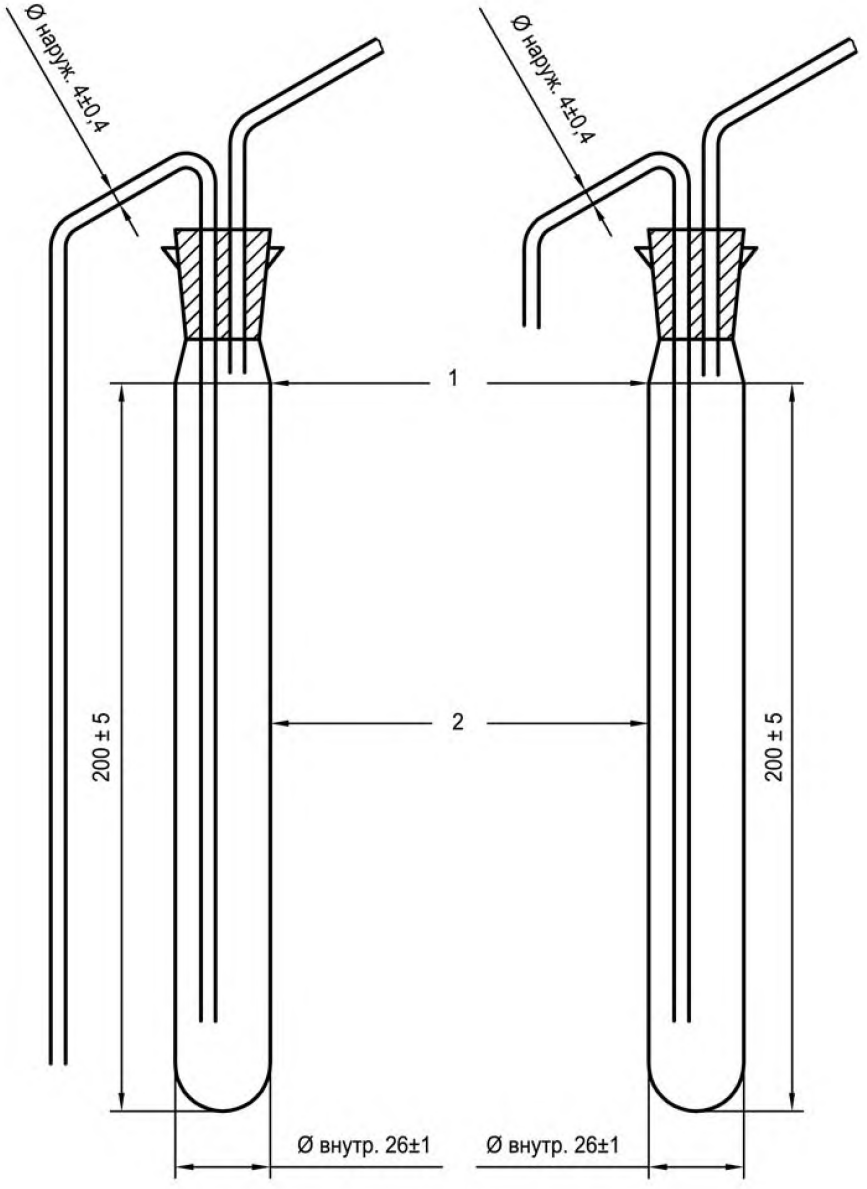
В.2.5.10 Выполняют вторую экстракцию, повторяя операции, описанные в В.2.5.3 – В.2.5.8.

Взамен 2,5 мл используют только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). Для промывания длинной внутренней трубки во время удаления приспособления из пробирки для экстракции жира после предварительной экстракции используют диэтиловый эфир.

В.2.5.11 Третью экстракцию выполняют без добавления этанола, повторяя стадии, описанные в В.2.5.3 – В.2.5.8. Используют только 15 мл диэтилового эфира и 15 мл петролейного эфира. Для промывания длинной внутренней трубки приспособления используют диэтиловый эфир, как описанно в В.2.5.10.

Примечание – Третью экстракцию можно не проводить для молока с содержанием жира менее 0,5 %.

В.2.5.12 Продолжают определение по 9.4.12 – 9.4.14.



1 – вместимость до данного уровня при удаленном приспособлении (105 ± 5) мм;
2 – толщина стенки (1,5 ± 0,5) мм

Рисунок В.1 – Примеры пробирок для экстракции жира

Библиография

[1] Международный стандарт ISO 707:1997 — Milk and milk products – Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] Международный стандарт ISO 5725: 1986 — Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
(Прецизионность методов измерений. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода измерения в межлабораторных измерениях)

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

[4] Международный стандарт 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] Международный стандарт ISO 7208:1999 — Skimmed milk, whey and buttermilk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method)
(Молоко обезжиренное, сыворотка и пахта. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (референсный метод) (контрольный метод)

[6] AOAC International Interlaboratory Study. J. AOAC, 71, 898 (1988)
Международное межлабораторное исследование, AOAC. , 71, 898 (1988)

[7] International Dairy Federation. Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed., № 235, 1988
Международная молочная федерация (IDF). Международные совместные исследования, вторая серия. IDF, №235, 1988

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 08.01.2009. Подписано в печать 05.02.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,99 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
ЛИ № 02330/0133084 от 30.04.2004.
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru