МКС 67.100.10

к СТБ ISO 1211-2012 Молоко. Определение содержания жира гравиметрическим методом (арбитражный метод)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 9.5.14	… не будет более 0,2 мг или …	… не будет более 2,0 мг или …
Приложение А. Пункт А.2. Второй абзац;	… более чем 1,0 г	… более чем 1,0 мг
третий абзац	Очень часто …	Очень редко …

(ИУ ТНПА № 2-2015)

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 1211-2012

МОЛОКО

Определение содержания жира гравиметрическим методом (арбитражный метод)

МАЛАКО

Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам (арбітражны метад)

(ISO 1211:2010, IDT)
(IDF 1:2010, IDT)

Издание официальное

Госстандарт
Минск

УДК 637.1.043:543.21.06(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 8 августа 2012 г. № 45

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1211|IDF 1:2010 Milk – Determination of fat content. Gravimetric method (reference method) [Молоко. Определение содержания жира гравиметрическим методом (арбитражный метод)].

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета ISO/TC 34 «Продукты пищевые сельскохозяйственные» Международной организации по стандартизации (ISO), а также Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международного стандарта, на который дана ссылка, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылочный международный стандарт актуализирован.

В стандарт внесены редакционные изменения: единица измерения миллилитр (мл) заменена на кубический сантиметр ($см^3$).

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ ISO 1211-2008

© Госстандарт, 2012

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

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка испытуемой пробы 3
9 Методика 3
10 Обработка и представление результатов 6
11 Прецизионность 6
12 Протокол испытаний 7
Приложение A (справочное) Примечания к методам 8
Приложение B (справочное) Альтернативный метод с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлениями для промывания 10
Приложение C (справочное) Межлабораторное испытание по непастеризованному молоку 13
Приложение D (справочное) Межлабораторное испытание по непастеризованному козьему и овечьему молоку 15
Библиография 17

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МОЛОКО
Определение содержания жира гравиметрическим методом (арбитражный метод)

МАЛАКО
Вызначэнне змяшчэння тлушчу гравіметрычным метадам (арбітражны метад)

Milk
Determination of fat content. Gravimetric method (reference method)

Дата введения 2013-01-01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Лица, использующие настоящий стандарт, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения 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.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает арбитражный метод определения содержания жира в молоке с соответствующими физико-химическими показателями качества.

Метод применим к сырому коровьему, овечьему и козьему молоку, обезжиренному молоку, а также цельному молоку, молоку с консервантом и переработанному натуральному молоку.

Не применяется, если требуется более точный метод для обезжиренного молока, например, чтобы установить эффективность работы сепараторов сливок.

Примечание – В [7] описывается специальный метод, предназначенный для обезжиренного молока.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт. Для недатированной ссылки применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 3889|IDF 219:2006 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 [(% (м/м)].

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании жира из аммиачно-спиртового раствора испытуемой пробы диэтиловым и петролейным эфиром, удалении растворителей перегонкой или выпариванием и определении массы экстрагированных веществ.

Примечание – Метод известен как метод Розе – Готлиба.

Издание официальное

5 Реактивы

Использовать реактивы только установленной аналитической квалификации, если не обусловлено договором иное, а также дистиллированную или деминерализованную воду эквивалентной чистоты.

В реактивах не должно оставаться существенных остаточных количеств загрязняющих веществ, в случае если определение выполнено в соответствии с установленным методом (9.3.2).

5.1 Аммиачный раствор, массовая доля NH_3 приблизительно 25 % [ρ_{20} (NH_3) = 910 г/дм^3].

Если нет в наличии аммиачного раствора такой концентрации, можно использовать более концентрированный раствор (9.5.1).

5.2 Этанол (C_2H_5OH) или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола не менее 94 % (А.4).

5.3 Раствор Конго красный

Растворяют 1 г реактива Конго красный ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 см^3 (6.14). Доводят до метки водой.

Примечание – Применение данного раствора, который позволяет видеть более четко границу раздела между слоями растворителя и воды, необязательно (9.5.2). Могут применяться другие водные цветные растворы, если они не оказывают влияния на результат определения.

Предупреждение – Конго красный является канцерогенным.

5.4 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), свободный от перекисей (А.3), удовлетворяющий требованиям контрольного опыта (9.3.2, А.2).

Предупреждение – Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Необходимо соблюдать меры безопасности при обращении, использовании и утилизации.

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 (9.3.2, А.1, А.2).

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 безопасности при работе с огнеопасными летучими растворителями.

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 до 600 об/мин, с радиальным ускорением 784 – 882 м/с^2 (от 80 до 90 g) с наружной стороны колб или пробирок.

Применение центрифуги не обязательно, но рекомендовано (см. 9.5.5).

6.3 Аппарат для перегонки или выпаривания, аппарат для перегонки растворителей и этанола из колб для перегонки или конических или аппарат для выпаривания из стаканов и чаш (9.5.12) 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 или термостат, поддерживающие температуру 35 °С – 40 °С.

6.6 Колбы Можонье для экстрагирования жира, описанные в ISO 3889| IDF 219.

Примечание – Возможно применять пробирки для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания, но в этом случае методика будет отличаться (приложение В).

Колбы для экстрагирования жира должны быть снабжены корковыми пробками хорошего качества или стопорами из других материалов [например, силиконовой резины или политетрафторэтилена (ПТФЭ)], 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 (или пробирки) для экстрагирования жира (6.6).

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

6.9 Емкости для сбора жира, такие как колбы для перегонки (плоскодонные), вместимостью от 125 до 250 см^3, конические колбы вместимостью 250 см^3 или металлические чаши.

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

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

6.11 Цилиндры мерные вместимостью 5 и 25 см^3 по [4] класса А либо другое приспособление с характеристиками не ниже указанных.

6.12 Пипетки градуированные вместимостью 10 см^3 по [2] класса А.

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

6.14 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 см^3 по [3] класса А.

7 Отбор проб

В настоящем стандарте процедура отбора проб не описана. Рекомендуемый метод отбора приведен в [1].

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 (38 ± 2) °С в термостате или 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 ± 2) °С.

Если однородные пробы могут быть получены без предварительного подогрева (например, для образцов обезжиренного молока), необходимо термостатировать испытуемую пробу до температуры (20 ± 2) °С, а также тщательно перемешивать при каждом повторном взятии навески.

Действительное значение содержания жира в молоке получить невозможно, если:

a) произошло взбивание молочного жира;

b) явно ощутим запах свободных жирных кислот.

Примечание – Козье молоко по своей природе содержит низкий уровень свободных жирных кислот, которые не полностью экстрагируются при данном методе;

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

9 Методика

9.1 Общее положение

Для проверки методики на соответствие пределу повторяемости (11.2) выполняют два определения в соответствии с 9.2 – 9.5.

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

9.2 Испытуемая проба

Перемешивают пробу (раздел 8), осторожно переворачивая емкость три или четыре раза. Незамедлительно взвешивают 10 – 11 г испытуемой пробы (непосредственно или путем вычитания колбы для экстракции жира) с точностью до 1 мг (6.6).

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

9.3 Контрольные опыты

9.3.1 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 9.2 водой (10 см^3) (приложение А.1).

Когда серия проб контрольных опытов проанализирована, число циклов сушки, возможно, будет отличаться друг от друга. Если одна контрольная проба применяется для серии опытов, то значение контрольного опыта, использованное при подсчете содержания жира в молоке каждого конкретного опыта, должно быть получено при тех же условиях, которые применялись к каждому конкретному опыту.

Если значение, полученное при проведении контрольного опыта, постоянно превышает 1,0 мг, следует проверить реактивы (9.3.2). Поправки более 2,5 мг должны быть отмечены в протоколе испытаний.

9.3.2 Контрольный опыт для проверки реактивов

Для проверки качества реактивов выполняют контрольный опыт по 9.3.1. Дополнительно используют пустую емкость для сбора жира, подготовленную по 9.4, с целью контроля массы. Реактивы не должны оставлять осадок более 1,0 мг (см. приложение А.2).

Если масса осадка в контрольном опыте больше чем 1,0 мг, необходимо определить количество осадка растворителей отдельно путем перегонки 100 $см^3$ 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.

Заменяют некачественные реактивы, растворители или реактивы после повторной перегонки.

9.4 Подготовка емкости для сбора жира

Сушат емкость для сбора жира (6.9) с материалом, облегчающим кипение (6.10), в сушильном шкафу (6.4) при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч.

Примечание 1 – Материалы, облегчающие кипение, являются дополнительными и способствуют поддержанию плавного кипения во время последующего удаления растворителей, особенно если используются стеклянные емкости для сбора жира.

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). 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 2 – Предпочтительно использовать держатели, чтобы избежать температурных изменений.

9.5 Определение

9.5.1 Выполняют определение незамедлительно.

Добавляют в колбу для экстрагирования жира (9.2) к испытуемой пробе 2 $см^3$ раствора аммиака (5.1) или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (5.1). Тщательно перемешивают с испытуемой пробой в малом сосуде колбы для экстрагирования.

9.5.2 Добавляют 10 $см^3$ 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 содержимого близко к горлышку колбы. По желанию можно добавить 2 капли раствора Конго красный (5.3).

9.5.3 Добавляют 25 $см^3$ 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.

9.5.4 Добавляют 25 $см^3$ петролейного эфира (5.5). Закрывают колбу для экстрагирования повторно увлажненной пробкой (окуная ее в воду). Осторожно смешивают в течение 30 с, как описано в 9.5.3.

9.5.5 Центрифугируют закрытую колбу в течение 1 – 5 мин с ускорением 784 – 882 $м/с^2$ (80 – 90 g). Если нет центрифуги (6.2), следует вставить закрытую колбу в подставку (6.7) и выдержать не менее 30 мин до тех пор, пока верхний слой жидкости четко не отделится от водного слоя.

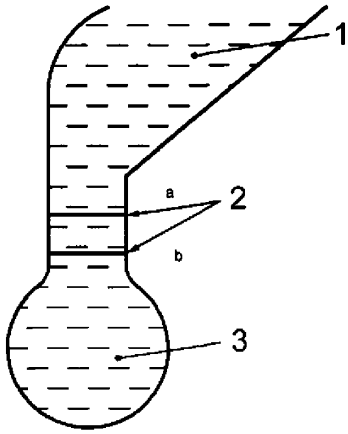
9.5.6 Аккуратно открывают пробку и ополаскивают ее и горловину колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8), для того чтобы промывная жидкость стекала в колбу. Если граница раздела между слоями находится в нижней части основания колбы, для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

Примечание – На рисунках 1 и 2 выбран один из трех типов колб, описанных в ISO 3889|IDF 219, но это не означает его преимущества перед другими типами.

9.5.7 Удерживая колбу с помощью держателя, тщательно декантируют поверхностный слой (растворитель, рисунок 1) в приготовленную емкость для сбора жира (9.4). Необходимо избегать декантации водного слоя (см. рисунок 2).

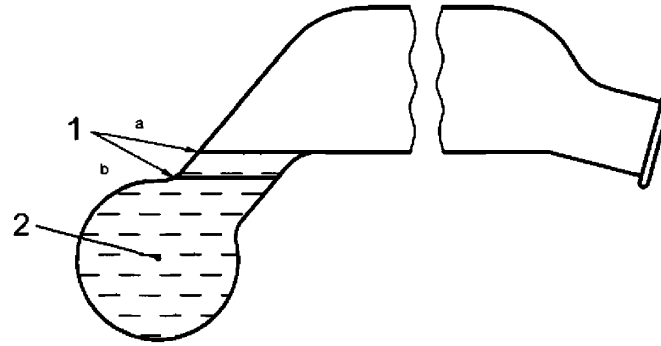
9.5.8 Ополаскивают наружную поверхность горловины колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Промывную жидкость собирают в емкость для сбора жира. Необходимо избегать растекания смешанного растворителя по наружной поверхности колбы. По желанию можно удалить растворитель или часть его из емкости для сбора жира при перегонке или выпаривании, как описано в 9.5.12.

9.5.9 Добавляют 5 см^3 этанола (5.2) к содержимому колбы для экстрагирования. Используя этанол, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы и перемешивают, как описано в 9.5.2. Если раствор Конго красный (5.3) ранее уже был добавлен, более добавлять не следует.



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

Рисунок 1 – До декантации



1 – граница раздела;
2 – слой воды;
a – при второй и третьей экстракции;
b – при первой экстракции

Рисунок 2 – После декантации

9.5.10 Второе экстрагирование выполняют, повторяя операции 9.5.3 – 9.5.7 и добавляя вместо 25 см^3 диэтилового эфира (5.4) только 15 см^3, а также 15 см^3 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 растворителя по возможности полностью (рисунок 2).

9.5.11 Третье экстрагирование выполняют без добавления этанола, повторяя операции, описанные в 9.5.3 – 9.5.7. Используют только 15 см^3 диэтилового эфира (5.4) и 15 см^3 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 (рисунок 1), чтобы облегчить декантацию растворителя (рисунок 2).

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

9.5.12 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). Ополаскивают внутреннюю поверхность горловины конической колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6) перед началом перегонки.

9.5.13 Емкость для сбора жира (колбу для перегонки или коническую колбу) помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф при температуре (102 ± 2) °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 имеет посторонние примеси, 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). Необходимо избегать как недостаточного, так и длительного времени охлаждения, а также не охлаждать емкости с собранным жиром в сушильном шкафу.

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

9.5.14 Емкость для сбора жира помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф при температуре (102 ± 2) °С и выдерживают 30 мин. Охлаждают и взвешивают повторно, как описано в 9.5.13. Последующие взвешивания емкости для сбора жира выполняют после высушивания при тех же режимах в течение 30 мин до тех пор, пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями не будет более 0,2 мг или начнет увеличиваться. Записывают минимальную массу как массу емкости для сбора жира и экстрагированного вещества.

10 Обработка и представление результатов

10.1 Обработка результатов

Рассчитывают содержание жира в пробе, используя формулу

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

где m_0 – масса испытуемой пробы (9.2), г;

m_1 – масса емкости для сбора жира и экстрагированного вещества, определенная по 9.5.14, г;

m_2 – масса подготовленной емкости для сбора жира (9.4), г;

m_3 – масса емкости для сбора жира, используемая в контрольном опыте (9.3.1), и какого-либо экстрагированного вещества, определенного в 9.5.14, г;

m_4 – масса емкости для сбора жира (9.4), используемая в контрольном опыте (9.3.1), г.

10.2 Представление результатов

Результат вычисляют с точностью до двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного определения прецизионности метода были опубликованы в соответствии с [5] и [6].

Данные межлабораторного опыта прецизионности метода приведены в приложении С и приложении D либо см. также ссылку [8]. Полученные результаты 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:

a) 0,031 % для обезжиренного коровьего молока;

b) 0,036 % для коровьего молока с низким содержанием жира;

c) 0,043 % для цельного коровьего молока;
d) 0,030 % для козьего молока;
e) 0,069 % для овечьего молока.

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:

a) 0,043 % для обезжиренного коровьего молока;
b) 0,042 % для коровьего молока с низким содержанием жира;
c) 0,056 % для цельного коровьего молока;
d) 0,052 % для козьего молока;
e) 0,096 % для овечьего молока.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

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

Приложение А
(справочное)

Примечания к методам

А.1 Контрольный опыт, выполняемый одновременно с определением (9.3.1)

Значение, полученное при проведении контрольного опыта, выполняемого одновременно с определением, дает возможность корректировать 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. 9.5.14 и 9.4). Если одна контрольная проба применяется для серии опытов, то значение контрольного опыта, использованное при подсчете содержания жира в молоке каждого конкретного опыта, должно быть получено при тех же условиях, которые применялись к каждому конкретному опыту.

Для вычисления содержания жира необходимо, чтобы масса емкости с холостой пробой соответствовала циклу сушки у испытуемой пробы (т. е. при использовании емкости с испытуемой пробой, которая достигла постоянной массы при цикле сушки n, используют массу холостой пробы при цикле сушки n; при цикле сушки (n + 1) используют массу холостой пробы при цикле сушки (n + 1) и т. д. (см. 9.3.1).

При благоприятных условиях (низкое значение, полученное в эталонном методе при проверке реактивов, постоянная температура в весовой комнате, достаточное время охлаждения емкости для сбора жира) это значение будет меньше чем 1,0 мг и может быть проигнорировано в расчете в случае постоянных определений. Немного завышенные (до 2,5 мг) значения, положительные или отрицательные, 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. 9.3.2 и приложение А.2).

А.2 Контрольный опыт для проверки реактивов (9.3.2)

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 эталонном методе, не должно превышать более чем 1,0 г.

Очень часто 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 см^3 растворителя. Использовать растворители необходимо сразу после повторной перегонки.

А.3 Исследование на наличие перекисей

Для исследования перекисей к 10 см^3 диэтилового эфира (5.4), помещенного в малый стеклянный цилиндр с притертой пробкой, предварительно промытый эфиром, необходимо добавить 1 см^3 свежеприготовленного раствора иодида калия концентрацией 100 г/дм^3. 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 дн перед применением следующим образом.

Разрезают цинковую фольгу на полоски, которыми заполняют наполовину бутыль, содержащую диэтиловый эфир, используя приблизительно 8000 мм^2 фольги на 1 дм^3 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 см^3 концентрированной серной кислоты (98 % массовой доли). Осторожно промывают полоски водой, помещают мокрые покрытые медью полоски в бутыль, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют полоски в бутылке.

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

А.4 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 9.2, но используя пробирки для экстракции жира (см. 6.6, примечание, и рисунок В.1).

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

В.2.3 Контрольный опыт

См. 9.3 и приложение А.1.

В.2.4 Подготовка емкости для сбора жира

См. 9.4.

В.2.5 Определение

В.2.5.1 Измерение выполняют незамедлительно.

Добавить 2 $см^3$ раствора аммиака (5.1) к испытуемой пробе в пробирку для экстракции жира (приложение В.2.2) или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (5.1). Тщательно перемешивают с предварительно обработанной испытуемой пробой на дне пробирки для экстракции жира.

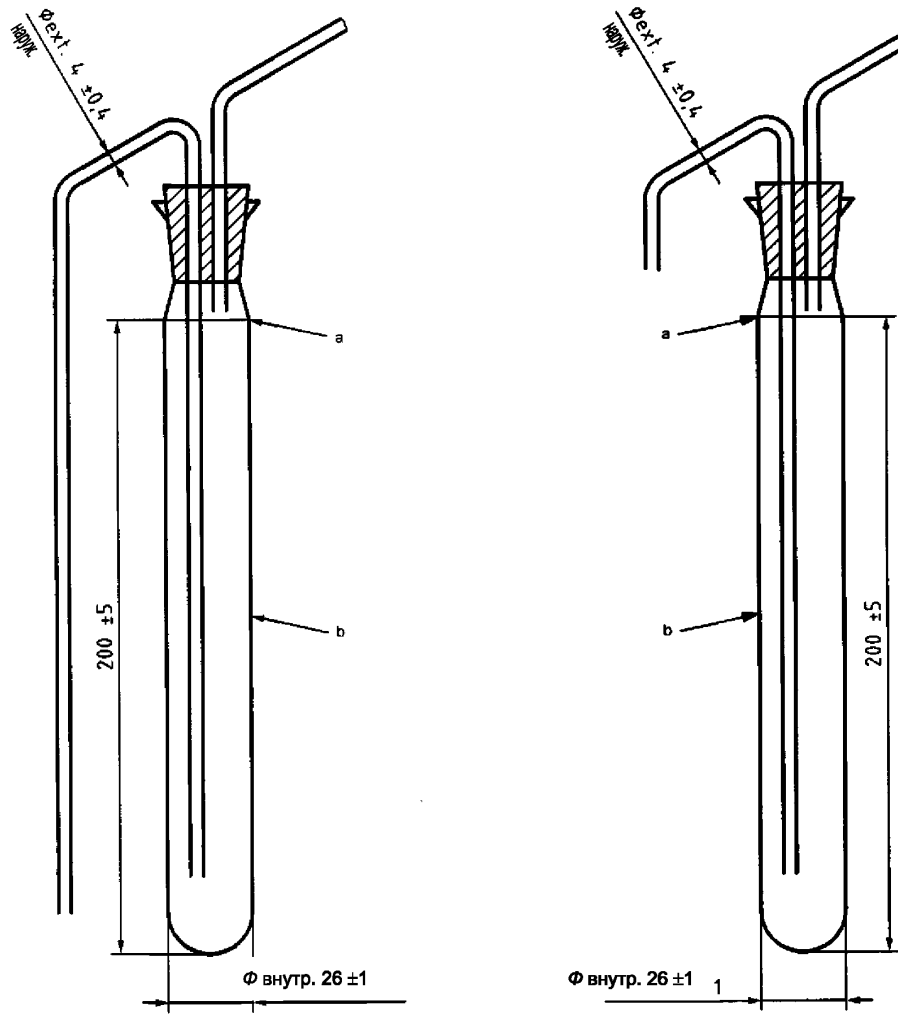
В.2.5.2 Добавляют 10 $см^3$ этанола (5.2). Осторожно и тщательно смешивают со смесью в пробирке для экстракции жира. По желанию добавляют 2 капли раствора Конго красный (5.3).

В.2.5.3 Добавляют 25 $см^3$ диэтилового эфира (5.4). Закрывают пробирку для экстракции жира пробкой, пропитанной водой, или стопором из другого материала, смоченного водой (6.6). Встряхивают сильно пробирку, но не чрезмерно, поворачивая несколько раз в течение 1 мин, избегая образования стойких эмульсий. 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 $см^3$ 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 Центрифугируют (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.

Размеры в миллиметрах



a) с сифоном

b) с промывалкой

a – вместимость до данного уровня при удаленном приспособлении (105 ± 5) см^3;
b – толщина стенки (1,5 ± 0,5) мм

Рисунок В.1 – Примеры пробирок для экстракции жира

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 (9.4), содержащую материалы, облегчающие кипение (и не являющиеся обязательными) (6.10), если используются перегонные или конические колбы. Избегают переноса водного слоя. Ополаски-

вают 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 9.5.12.

В.2.5.9 Повторно отсоединяют приспособление от горловины. Слегка поднимают приспособление и добавляют 5 $см^3$ 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.

Вместо 25 $см^3$ используют только 15 $см^3$ диэтилового эфира (5.4) и 15 $см^3$ петролейного эфира (5.5). Для промывания длинной внутренней трубки приспособления 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 $см^3$ диэтилового эфира и 15 $см^3$ петролейного эфира. Для промывания длинной внутренней трубки приспособления используют диэтиловый эфир, как описано в В.2.5.10.

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

В.2.5.12 Продолжают определение по 9.5.12 – 9.5.14.

Приложение С
(справочное)
Межлабораторное испытание по непастеризованному молоку

С.1 Основные положения

19 лабораторий из 13 стран были задействованы при проведении интернационального совместного испытания в декабре 2005 г. (см. ссылку [8]). Опыт включал 12 пар слепых дублированных проб, содержащих:

a) три пары проб с обезжиренным молоком с массовой долей жира $w_F < 0,5$ г/100 г;

b) три пары проб молока с низким содержанием жира 0,5 г/100 г ≤ w_f ≤ 2 г/100 г;

c) шесть пар проб с цельным молоком с массовой долей жира от 3 г/100 г ≤ w_f ≤ 6 г/100 г.

Испытание было организовано Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия.

Полученные результаты, ставшие предметом статистических анализов согласно [5] и [6], были отображены в соответствующем порядке в таблицах С.1 – С.3.

С.2 Результаты опытов

Таблица С.1 – Результаты опытов по обезжиренному молоку

Характеристика	Испытуемая проба 3	Испытуемая проба 12	Испытуемая проба 1	Общее среднее [a)]
Число участвующих лабораторий после исключения выбросов	11	10	11	—
Среднее значение, г/100 г	0,222	0,336	0,487	0,348
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,011	0,010	0,012	0,011
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	0,030	0,028	0,034	0,031
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	13,7	8,3	7,0	8,9
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,018	0,010	0,017	0,016
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	0,051	0,028	0,047	0,043
Коэффициент вариации воспроизводимости $C_{V,r}$, %	23,0	8,5	9,6	12,5

[a)] Средние значения были получены путем использования результатов данных проб без учета выброса. Все остальные статистические значения были получены путем извлечения квадратного корня среднего значения квадратных отклонений.

Таблица С.2 – Результаты опытов по молоку с низким содержанием жира

Характеристика	Испытуемая проба 7	Испытуемая проба 6	Испытуемая проба 2	Общее среднее [a)]
Число участвующих лабораторий после исключения выбросов	11	11	11	—
Среднее значение, г/100 г	0,561	1,368	2,039	1,323
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,011	0,011	0,016	0,013
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	0,031	0,032	0,044	0,036
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	5,5	2,4	2,2	2,7
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,016	0,013	0,016	0,015
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	0,044	0,036	0,045	0,042
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	7,8	2,6	2,2	3,2

[a)] Средние значения были получены путем использования результатов данных проб без учета выброса. Все остальные статистические значения были получены путем извлечения квадратного корня среднего значения квадратных отклонений.

Таблица С.3 – Результаты опытов по цельному молоку

Характеристика	Испытуемая проба 9	Испытуемая проба 5	Испытуемая проба 10	Испытуемая проба 4	Испытуемая проба 11	Испытуемая проба 8	Общее среднее [a)]
Число участвующих лабораторий после исключения выбросов	10	11	10	11	9	11	–
Среднее значение, г/100 г	3,032	3,287	4,052	4,305	5,503	5,825	4,334
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,010	0,017	0,011	0,022	0,014	0,013	0,015
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	0,028	0,047	0,031	0,063	0,040	0,038	0,043
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	0,9	1,4	0,8	1,5	0,7	0,7	1,0
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,014	0,021	0,013	0,025	0,015	0,025	0,020
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	0,040	0,059	0,037	0,071	0,043	0,069	0,056
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	1,3	1,8	0,9	1,7	0,8	1,2	1,3

[a)] Средние значения были получены путем использования результатов данных проб без учета выброса. Все остальные статистические значения были получены путем извлечения квадратного корня среднего значения квадратных отклонений.

Приложение D
(справочное)
Межлабораторное испытание по непастеризованному козьему и овечьему молоку

D.1 Основные положения

16 лабораторий из 9 стран были задействованы при проведении интернационального совместного испытания в ноябре 2006 г. (см. ссылку [8]).

Опыт включал 12 пар слепых дублированных проб для каждого вида молока. Массовая доля жира в пробах с козьим молоком насчитывала от 4,5 г на 100 г до 8,5 г на 100 г, массовая доля жира в пробах с козьим молоком – от 1,5 г на 100 г до 5,0 г на 100 г.

Испытание было организовано Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия.

Полученные результаты, ставшие предметом статистических анализов согласно [5] и [6], были отображены в соответствующем порядке в таблицах D.1, D.2.

D.2 Результаты опытов

Таблица D.1 – Результаты опытов по овечьему молоку

Характеристика	Испытуемая проба 9	Испытуемая проба 5	Испытуемая проба 10	Испытуемая проба 4	Испытуемая проба 11	Испытуемая проба 8	Общее среднее [a)]
Число участвующих лабораторий после исключения выбросов	14	12	13	14	12	14	–
Среднее значение, г/100 г	6,492	4,497	5,554	8,334	7,312	7,877	6,678
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,032	0,022	0,013	0,032	0,012	0,028	0,025
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	0,090	0,062	0,038	0,090	0,033	0,078	0,069
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	1,4	1,4	0,7	1,1	0,4	1,0	1,0
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,044	0,022	0,033	0,042	0,025	0,033	0,034
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	0,123	0,062	0,091	0,119	0,069	0,092	0,096
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,R}$, %	1,9	1,4	1,6	1,4	0,9	1,2	1,4

[a)] Средние значения были получены путем использования результатов данных проб без учета выброса. Все остальные статистические значения были получены путем извлечения квадратного корня среднего значения квадратных отклонений.

Таблица D.2 – Результаты по козьему молоку

Характеристика	Испытуемая проба 1	Испытуемая проба 2	Испытуемая проба 3	Испытуемая проба 4	Испытуемая проба 5	Испытуемая проба 6	Общее среднее [a)]
Число участвующих лабораторий после исключения выбросов	12	14	12	14	14	13	—
Среднее значение, г/100 г	3,017	1,542	4,870	2,200	4,405	3,673	3,285
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,008	0,012	0,011	0,008	0,012	0,010	0,011
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	0,023	0,035	0,031	0,023	0,035	0,029	0,030
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$, %	0,7	2,3	0,6	1,1	0,8	0,8	0,9
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, г/100 г	0,017	0,018	0,020	0,019	0,023	0,015	0,019
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	0,048	0,051	0,055	0,053	0,063	0,042	0,052
Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,R}$, %	1,6	3,3	1,1	2,4	1,4	1,1	1,6

[a)] Средние значения были получены путем использования результатов данных проб без учета выброса. Все остальные статистические значения были получены посредством квадратного корня среднего значения квадратных отклонений.

Библиография

[1] ISO 707:2008|IDF 50:2008 Milk and milk products – Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] ISO 835:2007 Laboratory glassware – Graduated pipettes
(Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные пипетки(

[3] ISO 1042:1998 Laboratory glassware – One-mark volumetric flasks
(Лабораторная стеклянная посуда. Мерная колба с одной отметкой)

[4] ISO 4788:2005 Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders
(Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные цилиндры(

[5] 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)

[6] 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)

[7] ISO 7208:2008|IDF 22:2008 Skimmed milk, whey and buttermilk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method)
[Молоко обезжиренное, сыворотка и пахта. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[8] International Dairy Federation. Interlaboratory collaborative studies on reference method ISO 1211| IDF 1 for the determination of the fat content in cow milk, sheep milk and goat milk. Bull. Int. Dairy Fed. 2009, (439), pp. 1-34
(Межлабораторные совместные исследования по эталонному методу ISO 1211| IDF 1 для определения содержания жира в коровьем, козьем и овечьем молоке)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 17.09.2012. Подписано в печать 02.11.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,56 Уч.- изд. л. 1,17 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru