ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СҮТ ЖӘНЕ СҮТ ӨНІМДЕРІ

Тиімділігі жоғары сұйықтық хроматографиясы көмегімен құрамындағы лактоза мөлшерін анықтау (Бақылау әдісі)

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания лактозы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (Контрольный метод)

ҚР СТ ISO 22662-2013

ISO 22662:2007 Milk and milk products – Determination of lactose content by high performance liquid chromatography (Reference method) (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СҮТ ЖӘНЕ СҮТ ӨНІМДЕРІ

Тиімділігі жоғары сұйықтық хроматографиясы көмегімен құрамындағы лактоза мөлшерін анықтау (Бақылау әдісі)

ҚР СТ ISO 22662-2013

ISO 22662:2007 Milk and milk products – Determination of lactose content by high performance liquid chromatography (Reference method) (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны мен стандарттау жөніндегі 44 «Технолог» техникалық комитеті **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 13 қарашадағы № 526-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 22662:2007 Milk and milk products– Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method) (Сүт және сүт өнімдері. Тиімділігі жоғары сұйықтық хроматографиясы көмегімен құрамындағы лактоза мөлшерін анықтау (бақылау әдісі) халықаралық стандартына қатынасы бойынша бірдей.

Осы стандартқа мәтінде курсивпен бөлінген, Мемлекеттік техникалық реттеу жүйесінің құрылу ерекшеліктеріне байланысты редакциялық өзгертулер енгізілді.

ISO 22662:2007 Milk and milk products– Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method) халықаралық стандартын ISO/ТК 34, Тамақ өнімдері техникалық комитеті, ІК 5, Сүт және сүт өнімдер ішкі комитеті мен Халықаралық сүт өнімдері федерациясы (IDF) әзірледі.

Аударма ағылшын тілінен (en)

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT)

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2019 жыл

ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде жыл сайын, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СҮТ ЖӘНЕ СҮТ ӨНІМДЕРІ
Тиімділігі жоғары сұйықтық хроматографиясы көмегімен құрамындағы лактоза мөлшерін анықтау. (Бақылау әдісі)»

Енгізілген күні 2014.07.01

1 Қолданылу аумағы

Осы стандарт шикі сүт, стерилденген сүт, құрғақ сүт сонымен қатар шикі және пастерленген қаймақ құрамындағы лактоза құрамын анықтау кезіндегі бақылау әдістерін белгілейді.

Бұл әдіс құрамына олигосахарид қосылған сүтке және ферменттелген сүтке жарамайды.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін келесі сілтеме құжаттары қажет:

ISO 648–2008 Laboratory glassware – Single-volume pipettes (Зертханалық шыны ыдыстар. Бір белгілі тамызғыштар).

ISO 3696–1987 Water for analytical laboratory use.Specification and test methods (Зертханалық талдауға арналған су. Сынау әдісі мен техникалық талаптар).

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде жыл сайын шығарылатын ағымдағы жылдағы жағдайға «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» және ағымдағы жылы жарияланған, ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерге сәйкес келетін ақпараттық көрсеткіш бойынша сілтемелік стандарттардың қолданысын тексерген дұрыс болады. Егер сілтеме құжаты ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдалану кезінде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжаты ауыстырусыз күшін жойған болса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге әсер етпейтін бөлікте

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта сәйкес анықтамалармен келесі терминдер қолданылады:

3.1 **Лактозы құрамы**(lactosecontent): Осы стандартта белгіленген шаралар бойынша анықталған заттың массалық үлесі.

ЕСКЕРТПЕ Массалық үлес пайыз бойынша көрінеді.

4 Әдіс мазмұны

[D(+)-мелецитоз] ішкі үлгісі сүттің өлшенген көлеміне және лактоза үлгісіне қосылады. (Biggs-Szijarto ерітіндісі) химиялық реактив майдың тұнуы үшін және сүттің протеин компоненттеріне қосылады. Енгізілімге дейін сынама екі рет алдымен қағаз сүзгіден сосын 0,45 мкм нейлон сүзгісінен өтеді. Лактоза мен ішкі үлгі қорғасын катион бағанына бөлінеді және дифференциалды рефрактомермен немесе басқа детектормен анықталады. Қозғалғыш фаза ретінде судың жоғары тиімділікті хроматография класы (ары қарай – СЖТХ) қолданылады.

5 Реактивтер

«талдау үнін таза» квалиыикациялы реактивтер қолданылады.

5.1 СЖТХ класты газдан тазаланған су. Су тазалағыш құрылғыдан алынған (6.10 қара) ISO 3696 бойынша 1 класты суды сүзеді. Сорғыштың жақсы жұмыс істеуі үшін және тұрақты база сызығын алу үшін күнделікті қолжетімді әдістің бірімен, мысалы барботажгелия, ультрадыбыспен өңдеу, вакууммен немесе газдан тазалаудың технологиялық өңдеу толассыз тездік жүйесі.

5.2. D(+) – гидрат мелицитоз ерітіндісі, $c(C_{18}H_{32}O_{16}\cdot H_2O)$ = 50 мг/мл. D(+) Мелетицоз гидрат ерітіндісінің бір бөлігін суда ерітеді (5.1 қараңыз), сусыз соңғы 50 мг/мл алады.

D(+) гидрат мелицитоз ерітіндісін 4°С бір аптадан артық емес уақытта сақтайды.

5.3 α-лактоза моногидраты $C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$. α-лактоза моногидратын қолдануға дейін 4 сағат бойы 70°С температурасында кептіру керек. Одан кейін бөлме температурасында эксикаторда суытады.

ЕСКЕРТПЕ Кептірілгеннен кейін лактоза моногидрат формасында қалады.

5.4. Biggs-Szijarto ерітіндісін алу үшін 200 мл белгісі бар құтыда 25 грамм дигидрат ацетат цинк $Zn(CH_3COO)_2\cdot 2H_2O$ және 12,5 грамм моногидрат фосфорновольфрам қышқылын $(W_{12}O_{36}\cdot H_3PO_4\cdot H_2O)$ 100 мл СЖТХ класты суда еріту арқылы (5.1 қараңыз) алады. Белгіге дейін СЖТХ класс суын құяды және араластырады. Дайын болған ерітінді 4°С температурасында бір апта сақталады.

ЕСКЕРТПЕ Осы химикаттарды сақтау және қауіпсіздік ережелерін қолдануды орындау.

6 Аппаратура и материалдар

Осы әдісті қолданғанда келесі зертханалық құралдарды пайдаланады.

6.1 СЖТХ– ұзындығы 300мм ішкі диаметрі 7,8 мм болатын бағаң, өлшеу кезеңі 8%. ион алмасқан шайыр стирол-дивинилбензол қорғасын катионы.

6.2 Қосымша баған. Ион алмасу шайыр бағанының қызмет мерзімін ұзарту үшін 200 енгізілімнен кейін алмастырады.

6.3 Микро қорғау құрылғысының бекіткіші.

6.4 Тұрақты (85±1)°С температураны ұстап тұратын бағанды жылытқыш.

6.5 0 мл/мин ден 10 мл/мин дейін шығынды көтеретін СЖТХ сорабы.

6.6 Автоматты СЖТХ сынама іріктегіш.

ЕСКЕРТПЕ Қолмен енгізе де болуы мүмкін.

6.7 Жоғары сезімтал дифференциалды рефрактометрикалы детектор.

ЕСКЕРТПЕ Басқа детектор қолданылуы да мүмкін мысалы, шашыраңқы жарықты өлшейтін детектор.

6.8 Автоматты енгізу үшін, орындауға, мәліметті қабылдауға, өңдеуге және хроматографиялы ақпаратты басқаруға арналған бағдарламамен қамтамасыз ету.

6.9 10 МОм·см ден 18 МОм·см. дейінгі кедергілермен ISO 3696 бойынша 1 класс талаптарына сай су тазалайтын құрылғы.

6.10 Мембранды сүзгіш ұсақ тесіктерінің өлшемі 0,45 мкм және диаметрі 47 мм болатын сүзгіш құрылғы.

6.11 1 Арнайы 1 класты аналитикалық таразылар.

6.12 38°С ден 40 °С. температураны ұстап тұруға қабілетті су моншасы.

6.13 ISO 648 бойынша А класс талаптарына сәйкес автоматты дәл тамызғыш немесе сыйымдылығы 2 мл болатын белгісі бар тамызғыш.

6.14 Диаметрі 75 мм болатын сүзгіш.

6.15 Диаметрі 110 мм болатын сүзгіш қағаз, №1 ватман қағазы немесе баламасы.

6.16 Ұсақ тесік өлшемдері 0,45 мкм болатын шприцке арналған нейлон сүзгіш.

ЕСКЕРТПЕ Ұсақ тесік өлшемдері осындай болатын ағыс сүзгісі пайдаланылуы мүмкін.

6.17 Люэр ұшына кигізгіші бар колемі 5 мл шприц.

6.18 СЖТХ тығындары бар құтылары.

6.19 Сыйымдылығы 10 мл ± 0,02 мл болатын бір белгісі бар өлшеу құтысы.

ЕСКЕРТПЕ 1 Еселеу коэффициентін есептегенде сыйымдылығы үлкен құтылар пайдаланылуы мүмкін.

ЕСКЕРТПЕ2 Ұқсас немесе жоғары метрологиялық сипаттамалары бар аппаратураны, өлшем ыдыстарын, реактивтерді пайдалануға рұқсат етіледі. Қолданылатын өлшеу құралдары түрін бекіту мақсатында немесе метрологиялық аттестаттауға жатады, салыстырып өлшеу құралдары және өлшеу бірлігімен қамтамасыз ету саласында Қазақстан Республикасы Тізіліміне енгізілуге жатады.

7 Сынаманы іріктеу

Репрезентативті сынаманы зертханаға жібереді. Тасымалдауда және сақтауда оның бүлінуіне және өзгеруіне жол берілмеуі тиіс.

Сынаманы іріктеу осы стандартта белгіленген әдіс бөлігі болып табылмайды. Ұсынылатын сынаманы іріктеу әдісі [1] бойынша жүзеге асады.

[1)]Ватман – бұл коммерциялық қол жетімділікке сәйкес келетін өнімнің үлгісі. Бұл ақпарат осы стандартты қолданушыларға ыңғайды болу үшін келтірілген және ISO мен IDF талаптары болып табылмайды.

8 Сыналатын сынаманы дайындау

Сұйық сүт пен кілегей сыналатын сынамасын 38°С тан 40°С дейін су моншасында қыздырады (6.12 қараңыз) Бөтелкені жиі айландыра отырып сыналатын сынаманы абайлап араластырады. Жұмыс бөлігін тікелей өлшеу алдында (9.2 қараңыз) сынаманы араластыра отырып (20 ± 1)°С температурасына дейін тез суытады

9 Әдістеме

9.1 Стандартты ерітіндіні дайындау

9.1.1 Концентрациялы ерітіндіні алу үшін дәлдігі 1 мг болатындай 20 мг/мл сусыз α-лактозаны өлшейді, саны сәйкес моногидрат α-лактоза (5.3 қараңыз), 10 мл(6.19 қараңыз) өлшеу құтысына ауыстырады.

9.1.2 моногидрат α-лактозасын (9.1.1 қараңыз) 5 мл СЖТХ класты суда (5.1 қараңыз) ерітеді. Ішкі стандарт есебінде құтыға 2 мл D (+)-мелецитоз ерітіндісін қосады. Құтыны айландыра отырып араластырады белгіге дейін СЖТХ класты сумен толырады(5.1 қараңыз). α-лактоза соңғы концентрациясын миллиграмда сусыз форма миллилитрінде айқындайды.

9.1.3 Стандартты ерітіндіні (9.1.2 қараңыз) сүзгіш құйғышты пайдалана отырып (6.14 қараңыз). гофрирлі сүзгіш қағаздан өткізеді (6.15 қараңыз). Филтратты шприцке сорып алады (6.17 қараңыз). Нейлон сүзгішті шприцке кигізеді (6.16 қараңыз) және СЖТХ құтысына (6.18 қараңыз) алынған бөлікті құяды. 9.4.2. бой ынша стандартты ерітінді бөлігін екі рет енгізеді.

Осындай жолмен дайындалған стандартты ерітінді калибрлі ерітіндінің уш топтамасын қамтамасыз ете алады. Калибрлеу баған СЖТХ үшін әр топтаманы бір рет қана пайдалануы тиіс. Стандартты ерітіндінің пайдаланылмаған топтамасын 4°С температурада бір аптадан артық сақтауға болмайды. Қолданар алдында суытылған стандартты ерітінділерді 20°С температураға дейін жеткізеді.

Калибрлеуді бақылау үшін стандартты ерітіндіні белгісіз сынама ретінде жұмыс бөлігінің басы мен соңы ретінде енгізеді.

9.2 Жұмыс бөлігін дайындау (сынаманың)

9.2.1 Сұйық сүт үшін жұмыс бөлігін келесі үлгімен дайындайды. 1 мг дейінгі дәлдікпен 3 мл дайындалған сыналатын сынаманы өлшейді (8 бөлім қараңыз), 10 мл құтыға сандық бойынша алмастырады (6.19 қараңыз). 9.3. бойынша жалғастырады.

9.2.2 Сүт ұнтағы үшін жұмыс бөлігін келесі үлгі бойынша дайындайды. 1 мг дейінгі дәлдікте 0,300г сыналатын сынаманы өлшеу, сандық бойынша 10 мл өлшеу құтысына салады (6.19. қараңыз). 50°С – 60°С температурасына дейін қыздырылған СТЖХ класты суын құяды (5.1 қараңыз). Біртұтас қалыпқа келгенше араластырады. Сыналатын ерітіндіні (20 ± 1) °С температураға дейін суытады. 9.3. дейін жалғастырады.

9.2.3 Кілегей жұмыс бөлігі үшін келесі үлгі пайдаланады. 1 мг дейінгі дәлдікпен 1 мл дайындалған сыналатын сынаманы өлшейді (8 бөлім қараңыз) 10 мл (6.19 қараңыз). 9.3.бойынша жалғастырады.

9.3 Фильтратты дайындау

9.2.1, 9.2.2 немесе 9.2.3. бойынша алынған 2 мл ішкі стандарт ерітіндісін (5.2 қараңыз) D(+)-мелецитоз және1,2 мл Biggs-Szijarto ерітіндісін құты ішіндегісіне қосады. Белгіге дейін СЖТХ класты су құяды (5.1 қараңыз)

Құтыны бес рет аударыстыра отырып абайлап араластырады. Бөлме температурасында 10 мин ұстайды. Араластыруды қайталайды және тағы екі мәрте бөлме температурасында ұстауды қайталайды.

Құты ішіндегісін гофрирленген сүзгі қазаз арқылы сүзіп алады (6.14 қараңыз). Фильтратты шприцке сорып алады (6.17. қараңыз) Шприцке нейлон сүзгіні жалғайды

(6.16. қараңыз) және фильтратты СЖТХ құтысына құяды (6.18. қараңыз) Жұмыс бөлігін 9.4.2. бойынша енгізеді.

ЕСКЕРТПЕ Сүзгіш қағазы арқылы өткен фильтрация кезеңі центрифугада айланумен алмастырылуы мүмкін.

9.4 СЖТХ анықтау

9.4.1 СЖТХ алдын ала дайындайды. Тұрақты база сызығын алу үшін талдау басталғанша 24 сағатта детекторды қосады (6.7. қараңыз). Ішкі температураны 35°С тең болатындай етіп орнатады. СЖТХ сорабын (6.5. қараңыз) 0,2 мл/мин шығынға 20 минутқа орналастырады, ал бағана қыздырғышын (6.4. қараңыз) бөлме температурасына орналастырады.

Бағана қыздырғыш температурасын 85°С дейін көтереді. Осы температураға жеткен кезде шығынды 0,2 мл/мин тан 0,6 мл/мин ға дейін ақырындап көтеру керек. Тұрақты шығынды базалық түзулікті алу үшін тұрақты шығын 0,6 мл/мин және 85°С температурасын 2 сағат бойы ұстап тұруы тиіс.

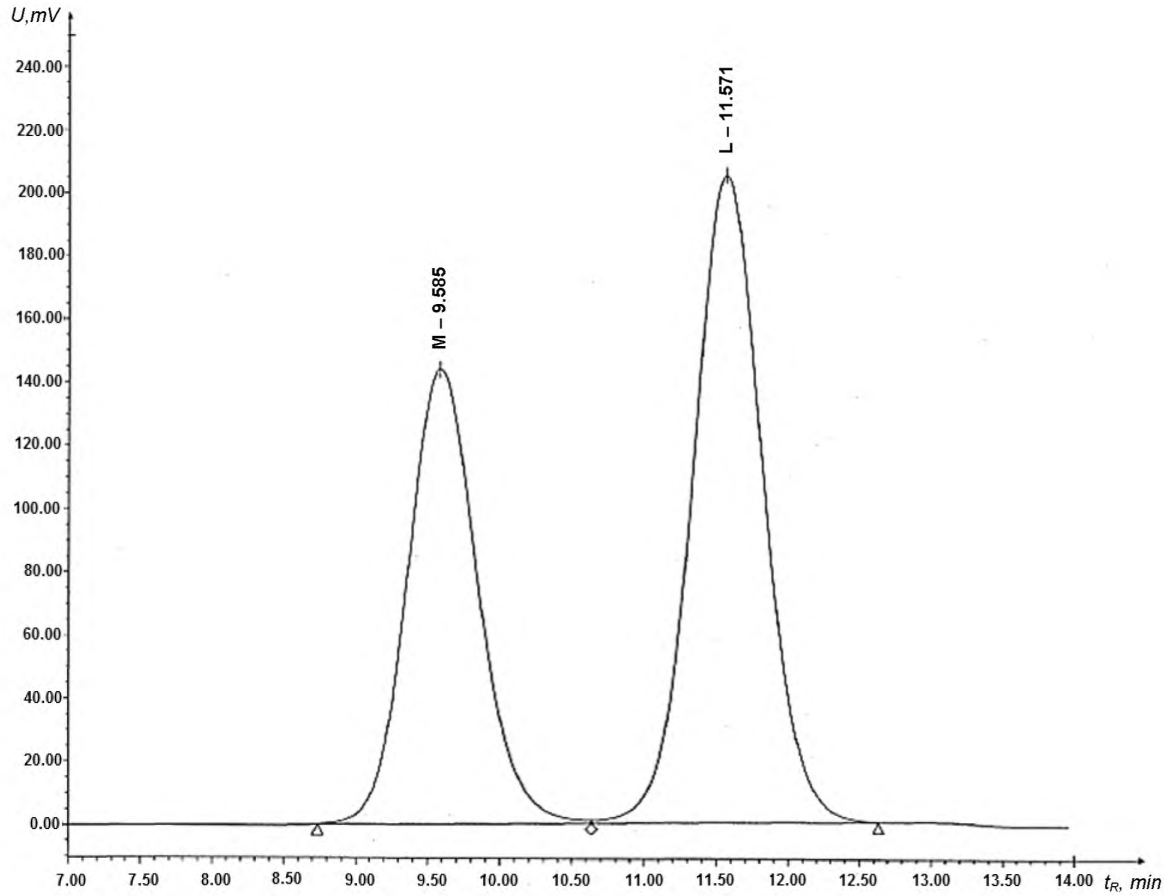
ЕСКЕРТПЕ Қысымды күнделікті бақылау мен тіркеу болатын нормадан ауытқыған өзгерістерді айқындауға ксептігін тигізеді.

9.4.2 Хроматографиялау шарттары 1 Кестеде келтірілген

1- кесте

Шарттар	Толықтығы
Жылжымалы фаза	СЖТХ класты газдан тазартылған су
Ішкі детектор температурасы	35°С
Сақтандырғыш бағана температурасы	Қоршаған орта температурасы
Бағана температурасы	85°С
Шығын	0,6 мл/мин
Енгізуге арналған көлем	20 мкл
Айдалу уақыты	15 минут
D(+)-мелецитозы ұстап тұру уақыты	(9 ± 1) минут
Лактозаны ұстап тұру уақыты	(11 ± 1) минут

Сезімталдық, межені бөлу бағасы, тұрақты уақыт, табалдырық өлшемінің үдемелі кезеңі сияқты қабылдау параметрлері мен интеграцияны мұқият таңдайды. Хроматограмма мысалы 1 суретте келтірілген.



M – D(+)-мелецитоз;*L* – α-лактоза; t_R – ұстап тұру уақыты; *U* – потенциалдың айырмашылығы

1 сурет Ішкі стандартты шикі сүт үлгісі хроматограммасының мысалы

Баған тиімділігін сонымен бірге теоретикалық тәрелке саны аталатын, *N*, бір аптада бір реттен кем емес өлшейді. Мәннің төмендеуі баған тиімділігін жоғалту салдарынан болатын тілменің үдемелі кезеңінің кеңеюімен байланысты. *N* (1) формуламен есептейді:

$$\left(\frac{R}{}\right)$$

гt_R – мұнда минуттағы лактозаның үдемелі кезеңін ұстап тұру уақыты;

w – лактоза үдемелі кезеңінің ені оның 50% биіктігінде минут ішіндегі баламалы уақыт интервалы.

Теоретикалық тәрелке саны алғашқы мәннен 25% азайғанда бағанды ауыстыру ұсынылады.

ЕСКЕРТПЕ Кей жағдайда төменгі тиімділікпен жұмыс жасайтын пайдаланылған баған қайта жуумен өндіруші құжатында жазылған сәйкес келетін регенерацияланатын ерітіндімен қалпына келтірілуі мүмкін.

10 Нәтиженің айқындылығы мен есебі

10.1 Есеп

Компьютер есептеуді келесі жағдаймен орындайды: алдымен бағдарламалық жасақтама лактоза үдемелі кезеңінің A_sк аумаққа қисық тәуелділік қатынасын алады, ішкі стандартты концентрацияға көбейтілген ішкі стандарт аумағы A_{is},, яғни $(A_s/A_{is}) \times c_{is}$,лактоза концентрациясынанc_i. Қисық түрі барлық концентрация интервалында сызықтық болуы керек.

Белгісіз сыналатын сынаманың сандық талдауы үшін пайызбен айқындалған, сыналатын сынама массасы үшін сусыз лактоза массалық үлесі үшін градуирленген қисықтан алынған бағдарламалық жасақтаманы концентрацияға бөледі,

10.2 Нәтиженің айқындылығы

Сынақ нәтижесін үш ондық белгіге дейінгі дәлдікте көрсетеді.

11 Дәлдік

11.1 Зертхана аралық сынақтар

Сынақтың дәлдік әдісінің зертхана аралық сынақ нәтижелері А қосымшасында келтірілген.

Осындай зертхана аралық сынақтан алынған мәндер келтірілгеннен өзгелері басқа концентрация диапазонына және матрицаға қолданыла алмайды.

11.2 Қайталанғыштық(ұқсастық)

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылық, бір әдісті қолдану арқылы алынған бірдей сыналатын материалды бір зертханада, бір оператормен, қысқа уақыт мерзімінде бірдей құрылғыны пайдалану мән көрсеткішінен 5% артық болмауы тиіс:

a) сұйық сүт үшін –0,06%;

b) кілегей үшін–0,06%;

c) сүт ұнтағы үшін – 0,37%.

11.3 Қайталанушылық

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылық, бір әдісті қолдану арқылы алынған бірдей сыналатын материалды бір зертханада, бір оператормен, қысқа уақыт мерзімінде бірдей құрылғыны пайдалану мән көрсеткішінен 5% артық болмауы тиіс:

a) сұйық сүт үшін – 0,13%;

b) кілегей үшін – 0,38%;

c) сүт ұнтағы үшін – 2,94%.

12 Сынақ хаттамасы

Сынақ хаттамында келесі ақпараттар боуы тиіс:

a) сынаманың толық идентификациясы үшін қажет барлық ақпарат;

b) сынаманы іріктеу пайдаланылған әдісі;

c) осы стандартқа сілтемелері бар пайдаланылған сынақ әдісі;

d) осы стандартта жазылмаған барлық жұмыстық нақтылықтар немесе қосымша деп есептелетін сынақ нәтижесіне әсер ететін кез-келген қақтығыс нақтылықтары;

e)қайталаағыштық тексерілген болса соңғы алынған сынақ нәтижесі.

А Қосымшасы
(ақпараттық)

Зертхана аралық зерттеу нәтижелері

Әртүрлі бес елде ішінде сегіз зертханада өткізілген халықаралық бірлескен сынақ Квебек, Канада сүт зауыттарынан он сегіз сүт сынамасында жүргізілді (сұйық сүттің алты сынамасы, кілегейдің алты және сүт ұнтағының алты сынамасы). Сынақ жануарлар сүт өнімдерінің Талдауы Бағдарламасымен ұйымдастырылды.

Алынған нәтижелер [2] және [3] сәйкес статистикалық өңдеуге ұшырады және А.1 – А.3. кестеде келтірілгендей статистикалық мәліметке алып келді.коэффицентті өзгеруден басқа пайызбен айқындалған барлық мәндер массалық үлес болып табылады.

А.1 кесте – Сұйық сүт сынамасын сынау нәтижесі

	Сыналатын сынама						
	1	2	3	4	5	6	Орта
Ағаттық жойылғаннан кейін қалған қатысатын зертханалар саны	8	8	7	8	7	8	
Лактоза масса үлесінің орта мәні, %	4,530	4,466	4,718	4,644	4,364	4,551	
Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,025	0,023	0,017	0,035	0,011	0,018	0,022
Қайталанғыштық шегі, $r = 2,8\ s_r$, %	0,071	0,065	0,047	0,098	0,031	0,051	0,061
Қайталанғыштықтың өзгеру коэффициенті, %	0,559	0,523	0,360	0,751	0,258	0,397	0,474
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_R, %	0,042	0,056	0,044	0,046	0,030	0,058	0,046
Қайталану шегі, $R = 2,8\ s_R$, %	0,118	0,156	0,123	0,128	0,085	0,162	0,129
Қайталанудың өзгеру коэффициенті, %	0,931	1,249	0,929	0,986	0,692	1,273	1,010

А.2 кесте – Кілегей сынамасын сынау нәжижесі

	Сыналатын сынама						
	1	2	3	4	5	6	Орта
Ағаттық жойылғаннан кейін қалған қатысатын зертханалар саны	8	8	7	8	6	6	
Лактоза масса үлесінің орта мәні, %	1,461	3,822	3,686	2,886	3,256	3,103	
Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,030	0,015	0,025	0,032	0,009	0,007	0,020
Қайталанғыштық шегі, $r = 2,8\ s_r$, %	0,084	0,041	0,069	0,090	0,026	0,020	0,055
Қайталанғыштықтың өзгеру коэффициенті, %	2,066	0,381	0,672	1,117	0,283	0,224	0,790
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_R, %	0,171	0,108	0,136	0,118	0,134	0,136	0,134
Қайталану шегі, $R = 2,8\ s_R$, %	0,479	0,302	0,380	0,331	0,375	0,382	0,375
Қайталанудың өзгеру коэффициенті, %	11,721	2,824	3,686	4,090	4,113	4,397	5,139

А.3 кесте – Сүт ұнтағының сынамасын сынау нәтижесі

	Сыналатын сынама						
	1	2	3	4	5	6	Орта
Ағаттық жойылғаннан кейін қалған қатысатын зертханалар саны	6	7	7	6	6	7	
Лактоза масса үлесінің орта мәні, %	48,721	36,348	35,087	52,306	46,460	48,171	
Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,110	0,040	0,111	0,260	0,157	0,118	0,133
Қайталанғыштық шегі, $r = 2,8\ s_r$, %	0,308	0,111	0,312	0,729	0,440	0,331	0,372
Қайталанғыштықтың өзгеру коэффиценті, %	0,226	0,109	0,318	0,497	0,339	0,245	0,289
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_R, %	0,130	0,801	0,773	0,709	1,461	1,419	1,049
Қайталану шегі, $R = 2,8\ s_R$, %	3,165	2,241	2,1663	1,986	4,091	3,974	2,937
Қайталанудың өзгеру коэффиценті, %	2,322	2,202	2,202	1,356	3,145	2,946	2,362
[a] Сүт ұнтағының сынау нәтижесін тек жеті зертхана ұсынған.							

Библиография

[1] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products – Guidance on sampling(сүт және сүт өнімдері. Сыналатын сынама бойынша нұсқаулық).

[2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1:General principles and definitions(Өлшеу нәтижесі мен дәлдік әдістері (туралық және дәл өлшеу) 1 бөлім. Жалпы принциптер мен анықтамалар).

[3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basicmethod for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Өлшеу нәтижесі мен дәлдік әдістері (туралық және дәл өлшеу) 1 бөлім. Жалпы принциптер мен анықтамалар).

Стандартты қайталанғыш өлшеу әдісі мен қайталанғыштықты анықтаудың негізгі әдісі).

[4] BIGGSD.A., SZIJARTO, L. Methodforroutinedeterminationoflactoseinmilk, J. DairySci. 1963, 46, pp. 1196-200 (БиггзД.А., Цижарто Л. (SZIJARTO), Сүттегі лактозаны стандартты анықтау әдісі. Сүт туралы ғылым журналы 1963, 46,1196-200 беттер).

[5] HARVEY, J. A high performance liquid chromatography method for lactose determination in milk.Austral. J. DairyTechnol. 1988, 43, pp. 19–20 (ХарвейДж.А. Сұйық хроматография жоғары рұқсатымен сүттегі лактоза құрамын анықтау әдісі. Австрал. Сүт технологиялары бойынша. Журнал. 1988, 43, 19-20беттер)

[6] BRONS, C., OLIEMAN, C. Study of the high-performance liquid chromatographic separation of reducingsugars, applied to the determination of lactose in milk. J. Chromatogr. 1983, 259, pp. 79–86 (Бронс,С., Олиман, С. Сұйық хроматография жоғары рұқсатымен сүттегі лактоза құрамын анықтау үшін қолданылатын қанттың төмендеуі бойынша зерттеу. Ж. Хроматография. 1983, 259, 79-86 беттер)

[7] KOOPS, J., OLIEMAN, C. Routine testing of farm milk with the Milko-Scan 203.3. Comparative evaluationof polarimetry, ВЭЖХ, enzymatic assay and reductometry for the determination of lactose. Calibrationfor infra-red analysis of lactose. Calculation of total solids from infra-red measurements, Neth. MilkDairy J. 1985, 39, pp. 89–106 (Купс, Дж., Олиман, С. 203.3. сүтті сканерлеу әдісімен фермерлік сүтті стандартты сынау. Поляриметрді салыстырып бағалау,СЖТХ, ферментативті талдау және лактозаны анықтауға арналған редуктометрия. Лактозаның инфрақызыл талдауын каибреу.Инфрақызыл өлшеулерден ортақ қатты заттардың есебі, Нидерланды, Ж. Сүт өнімдері, 1985, 39, 89-106 беттер).

ӘӨЖ 637.044 **МСЖ 67.100.01**

Түйін сөздер:сүт, лактоза құрамы, стерилденген сүт, базалық түзу, қосымша бағана, стандартты ерітінді, сыналатын сынама, лактозаның үдемелі кезеңі.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания лактозы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (Контрольный метод)

СТ РК ISO 22662-2013

ISO 22662:2007 Milk and milk products – Determination of lactose content by highperformance liquid chromatography (Reference method) (IDT)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕНИ ВНЕСЕНРеспубликанским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации 44 «Технолог»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 13 ноября 2013 года № 526-од

3 Настоящий стандарт идентичен по отношению к международному стандарту ISO22662:2007 Milk and milk products– Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method) (Молоко и молочные продукты. Определение содержания лактозы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (Контрольный метод).

В настоящий стандарт внесены редакционные изменения в связи с особенностями построения государственной системы технического регулирования, которые выделены по тексту курсивом.

Международный стандарт ISO 22662:2007 Milk and milk products– Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method) разработан Техническим комитетом ISO/TK 34, Пищевые продукты, Подкомитет ПК 5, Молоко и молочные продукты и Международной федерацией молочной продукции

Перевод с английского (en)

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2019 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему Стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего Стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение содержания лактозы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (Контрольный метод)

Дата введения 2014.07.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания лактозыв сыром молоке, стерилизованном молоке, сухоммолоке, а так же сырыхи пастеризованных сливках.

Метод не приемлем к ферментированному молоку и молоку, к которому были добавлены олигосахариды.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

ISO 648–2008 Laboratory glassware – Single-volume pipettes (Лабораторнаястеклянная посуда.Пипеткисодной меткой).

ISO 3696–1987 Water for analytical laboratory use.Specification and test methods (Водадлялабораторногоанализа.Техническиетребованияиметодыиспытаний).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Терминыиопределения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **Содержание лактозы**(lactosecontent): Массовая доля вещества, определенная по процедуре, установленной в настоящем стандарте.

ПРИМЕЧАНИЕ Массовая доля может выражаться в процентах.

4 Сущность метода

Внутренний образец [D(+)-мелецитоза] добавляется к взвешенному объему молока и образцам лактозы. Химический реактив (раствор Biggs-Szijarto) добавляется для осаждения жира и протеиновых компонентов молока. Проба фильтруется дважды до введения, сначала через бумажный фильтр и затем через 0,45 мкм нейлоновый фильтр. Лактоза и внутренний образец разделяютсясвинец-катионитнойколонкой и определяются дифференциальным рефрактометром или другим детектором. В качестве подвижной фазы используется вода класса для высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ).

5 Реактивы

Использоватьтолько реактивы квалификации «чистый для анализа».

5.1 Дегазированная вода класса ВЭЖХ.Фильтровать воду класса 1поISO 3696, полученную на водоочистной установке (см. 6.9), используя фильтровальную установку (см. 6.10). Для улучшения работы насоса и получения стабильной базовой линии дегазироватьподвижную фазу ежедневно одним из доступных методов, таких как барботажгелия, обработка ультразвуком, вакуумом или системой поточной технологической обработки дегазирования.

5.2 D(+)-раствор гидрата мелецитозы, $c(C_{18}H_{32}O_{16}\cdot H_2O)$ = 50 мг/мл.Растворитьпорциюраствора гидрата мелецитозыD(+) в воде(см. 5.1), получая конечную концентрацию50 мг/мл безводной формы.

Раствор гидрата мелецитозыD(+) следует хранить при температуре 4°С не более одной недели.

5.3 Моногидрат α-лактозы, $C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$.Моногидрат α-лактозы до применения следует высушить при температуре 70°С в течение 4 часов. Затем охладить до комнатной температуры в эксикаторе.

ПРИМЕЧАНИЕ После высушивания лактоза остается в моногидратной форме.

5.4 Раствор Biggs-Szijarto получить растворением25 граммовдигидрата ацетата цинка $Zn(CH_3COO)_2\cdot 2H_2O$ и 12,5 граммов моногидрата фосфорновольфрамовой кислоты ($W_{12}O_{36}\cdot H_3PO_4\cdot H_2O$) в 100 мл воды класса ВЭЖХ (см. 5.1) в мерной колбена 200 мл.Добавить 20 мл ледяной уксусной кислоты (CH_3COOH). Довести до меткиводой класса ВЭЖХ (см. 5.1) и перемешать. После приготовления раствор может храниться при температуре 4°С не более одной недели.

ПРИМЕЧАНИЕ Выполнять инструкции по безопасности хранения и использования настоящих химикатов.

6 Аппаратура и материалы

При применении настоящего метода используют следующее лабораторное оборудование.

6.1 ВЭЖХ– колонна длиной 300 мм с внутренним диаметром 7,8 мм, заполненная ионообменной смолойсо свинец-катионитом на стирол-дивинилбензольном сополимере со степенью сшитости 8%.

6.2 Предварительная колонна.Для продления срока службы колонны с ионообменной смолой предварительную колонну меняют после 200 введений.

6.3 Фиксатор микрозащитного устройства.

6.4 Нагреватель колонны, способный поддерживать постоянную температуру (85±1)°С.

6.5 Насос ВЭЖХ, способный поддерживать расход от 0 мл/мин до 10 мл/мин.

6.6 Автоматический пробоотборник ВЭЖХ.

ПРИМЕЧАНИЕВозможно также ручное введение.

6.7 Дифференциальный рефрактометрический детектор,высокочувствительный.

ПРИМЕЧАНИЕВозможно использование других детекторов, например, детектора, измеряющегорассеянный свет.

6.8 Программное обеспечение,для автоматического введения, выполнения,приема данных, обработки и управлениях хроматографической информацией.

6.9 Водоочистная установка, дающая воду, соответствующую требованиям класса 1 по ISO 3696, с сопротивлением от 10 МОм·см до 18 МОм·см.

6.10 Фильтровальная установка, включающая источник вакуума, с мембранным фильтром с размером пор 0,45 мкм и диаметром 47 мм.

6.11 Аналитические весы, специального класса I.

6.12 Водяная баня, способная поддерживать температуру от 38°С до 40 °С.

6.13 Точный диспенсер, точная автоматическая пипетка илипипетки с одной меткой, соответствующие требованиям класса А поISO 648, вместимостью 2 мл.

6.14 Фильтр-воронка диаметром 75 мм.

6.15 Фильтровальная бумага диаметром 110 мм, ватман[1)] №1 или эквивалентная.

6.16 Нейлоновый фильтр для шприца, с размером пор 0,45 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕВозможно использоватьпроточный фильтр с таким же размером пор.

6.17 Шприцобъемом 5 мл с наконечником Люэра.

6.18 КолбыВЭЖХ с пробками.

6.19 Мерные колбы с одной меткой,вместимостью 10 мл ± 0,02 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Могут использоваться колбы большей вместимости с учетом коэффициента разбавления

ПРИМЕЧАНИЕ2 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы, имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше. Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверки средств измерений и внесению в Реестр Республики Казахстан в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.

7 Отбор проб

Репрезентативную пробу отправляют в лабораторию. При транспортировке и хранении должна быть исключена возможность ее повреждения или изменения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендованный метод отбора проб осуществляетсяпо[1].

[1)]Ватман – это образец подходящей продукции, доступной коммерчески. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящим стандартом и не является требованием ISO и IDF.

8 Подготовка испытуемой пробы

Нагреть испытуемую пробу жидкого молока и сливокв водяной бане (см. 6.12) до температурыот 38°С до 40°С. Осторожно смешать испытуемую пробу, постоянно вращая бутылку. Осторожно помешивая пробу,быстро охладить до температуры(20 ± 1)°С непосредственно перед взвешиванием рабочей части (см. 9.2).

9 Методика

9.1 Подготовка стандартного раствора

9.1.1Для получения раствора с концентрацией 20 мг/мл безводнойα-лактозы взвесить, с точностью до 1 мг, соответствующее количество моногидрата α-лактозы(см. 5.3),количественно перенести в мерную колбу на 10 мл(см. 6.19).

9.1.2 Растворить моногидрат α-лактозы (см. 9.1.1)в 5 мл воды класса ВЭЖХ(см. 5.1). Добавитьв колбу2 мл раствора D (+)-мелецитозыв качествевнутреннегостандарта. Перемешать,вращая колбуи довести до метки водой класса ВЭЖХ (см. 5.1). Выразить конечную концентрацию α-лактозы в миллиграммах безводной формы на миллилитр.

9.1.3 Профильтровать стандартный раствор (см. 9.1.2) через гофрированную фильтровальную бумагу (см. 6.15),используя фильтровальную воронку (см. 6.14). Набрать фильтрат в шприц (см. 6.17). Привинтить нейлоновый фильтр для шприца (см. 6.16) и перелитьнабранную порциюфильтратф в колбуВЭЖХ (см. 6.18). Ввестипорцию стандартного раствора дважды по 9.4.2.

Стандартный раствор, приготовленный таким образом, может обеспечить три комплекта калибровочных растворов. Использовать каждый комплектдля калибровки колонныВЭЖХ следует только один раз. Хранить неиспользованные комплекты стандартного раствора лактозы при температуре 4°С не более одной недели. Перед использованиемохлажденные стандартные растворы довести до температуры 20°С.

Для контроля калибровки ввести стандартный раствор как неизвестную пробу в начале и в конце серии рабочих частей.

9.2 Подготовка рабочей части (пробы)

9.2.1 Для жидкого молокарабочую частьподготовить следующим образом. Взвесить с точностью до 1 мг около 3 мл подготовленной испытуемой пробы (см. Раздел 8),количественно перенестив мерную колбуна10 мл (см. 6.19). Продолжитьпо 9.3.

9.2.2 Для молочного порошкарабочую частьготовят следующим образом. Взвесить с точностью до 1 мг около 0,300г испытуемой пробы,количественно перенести в мерную колбу на 10 мл (см. 6.19). Добавить около 5 мл воды класса ВЭЖХ (см. 5.1), предварительно подогретой до температуры 50°С – 60°С. Тщательно перемешать до однородного состояния. Охладить испытуемыйраствор до температуры(20 ± 1) °С. Продолжитьпо 9.3.

9.2.3 Для сливокрабочую часть готовят следующим образом. Взвесить с точностью до 1 мг около 1 г подготовленной испытуемой пробы (см. Раздел 8) в мерную колбу на 10 мл (см. 6.19). Продолжитьпо 9.3.

9.3 Подготовка фильтрата

Добавить 2 мл внутреннего стандартного раствора (см. 5.2) D(+)-мелецитозы и1,2 мл раствора Biggs-Szijarto к содержимому колбы, полученному в соответствии с 9.2.1, 9.2.2 или 9.2.3. Довести до метки водой класса ВЭЖХ (см. 5.1).

Осторожно перемешать содержимое путем пятикратного переворачивания колбы. Выдержать при комнатной температуре 10 минут. Повторить перемешивание и выдерживание при комнатной температуре еще 2 раза.

Профильтровать содержимое колбы через гофрированную фильтровальную бумагу (см. 6.14). Собрать фильтрат в шприц (см. 6.17). Ввинтить нейлоновый фильтр для шприца (см. 6.16) и перелить фильтрат в колбуВЭЖХ (см. 6.18). Ввестирабочую часть в соответствии с 9.4.2.

ПРИМЕЧАНИЕЭтап фильтрации через фильтровальную бумагу может быть заменен вращением рабочей части на центрифуге.

9.4 Определение ВЭЖХ

9.4.1 Предварительно подготовитьВЭЖХ. Для получения стабильной базовой линии включить детектор (см. 6.7) не менее, чемза 24 часа до начала анализа. Установить внутреннюю температуру равной 35°С. Установить насос ВЭЖХ (см. 6.5) на расход0,2 мл/мин в течение не менее, чем 20 минут, а нагреватель колонны (см. 6.4) установить на комнатную температуру.

Повысить температуру нагревателя колонны до 85°С. При достижении этой температуры постепенно увеличивать расход от 0,2 мл/мин до 0,6 мл/мин. Поддерживать постоянные расход 0,6 мл/мин и температуру 85°С в течение 2 часов до получения базовой линии.

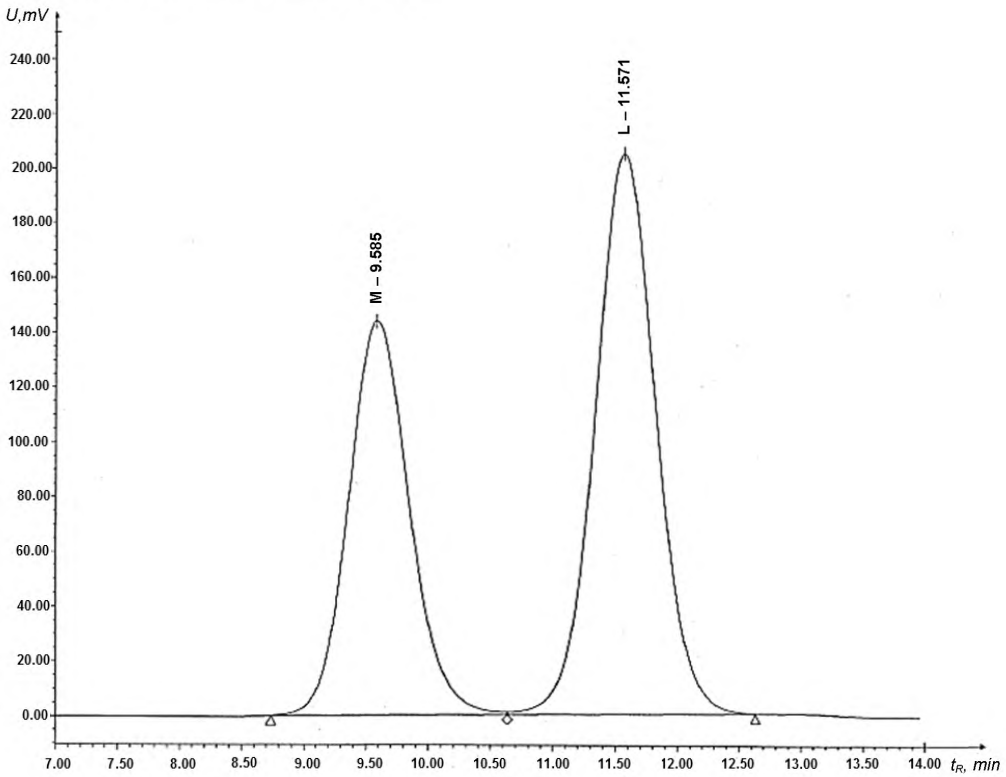
ПРИМЕЧАНИЕЕжедневная проверка и регистрация давления системы может помочь выявить происходящие аномальные изменения.

9.4.2Условияхроматографированияприведены в Таблице 1.

Таблица – 1

Условия	Подробности
Подвижная фаза	Дегазированная вода класса ВЭЖХ
Температура внутреннего детектора	35°С
Температура предохранительной колонны	Температура окружающей среды
Температура колонны	85°С
Расход	0,6 мл/мин
Объем для введения	20 мкл
Время прогона	15 минут
Время удержания D(+)-мелецитозы	(9 ± 1) минут
Время удержания лактозы	(11 ± 1) минут

Тщательно выбирают параметры приема и интеграции, такие как чувствительность, цена деления шкалы, постоянная времени, ширина и пороговая величина пика.Пример хроматограммы приведен на Рисунке 1.



M – D(+)-мелецитоза;*L* – α-лактоза; t_R – время удерживания; *U* – разность потенциалов

Рисунок 1 – Пример хроматограммы образца сырого молока, содержащего внутренний стандарт

Измерять эффективность колонны, также называемую числом теоретических тарелок, *N*, не менее одного раза в неделю. Понижение значения связано с расширением полосы пика, которое часто происходит вследствие потери эффективности колонны. Вычислить*N* по формуле (1):

$$\left(\frac{R}{}\right)$$

гдеt_R –время удерживания пика лактозы, в минутах;

w –ширина пика лактозыпри 50% его высоты, эквивалентная интервалу времени, в минутах.

Когда число теоретических тарелок уменьшается более, чем на 25% от исходногозначениея, рекомендуется замена колонны.

ПРИМЕЧАНИЕВ некоторых случаях использованная колонка, работающая с низкой эффективностью, может быть восстановлена обратным промыванием соответствующим регенерирующим растворителем, описанным в документации изготовителя.

10 Расчет и выражение результатов

10.1 Расчет

Компьютер выполняет расчеты следующим образом: сначала программное обеспечение (см. 6.8) получает кривую зависимости отношения площади пика лактозы A_sк площади внутреннего стандартаA_{is}, умноженного на внутреннюю стандартную концентрацию, т.е. $(A_s/A_{is}) \times c_{is}$, от концентрацией лактозыc_i. Вид кривой должен быть линейным во всем интервале концентраций.

Для количественного анализа неизвестной испытуемой пробы, программное обеспечение делит концентрацию, полученную из градуировачной кривой на массу испытуемой пробы для расчета массовой доли безводной лактозы, выраженной в процентах.

10.2 Выражение результатов

Результаты испытаний выразить с точностью до трех десятичных знаков.

11 Точность

11.1 Межлабораторное испытание

Результаты межлабораторного испытания точности метода приведены в Приложении А.

Значения, полученные в таком межлабораторном испытании, не могут применяться к иным диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных.

11.2 Повторяемость(сходимость)

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором с использованием одинакового оборудования за короткий период времени, может не более, чем в 5% случаев, превышать значения:

a) для жидкого молока –0,06%;

b) для сливок –0,06%;

c) для молочного порошка – 0,37%.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных

лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, может не более, чем в 5 % случаев, превышать значения:

a) для жидкого молока – 0,13%;

b) для сливок – 0,38%;

c) для молочного порошка – 2,94%.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) использованный метод отбора проб;

c) использованный метод испытаний, со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все рабочие подробности, не описанные в настоящем стандарте или считающиеся дополнительными, вместе с подробностями любого инцидента, который может повлиять на результаты испытаний;

e)конечный полученный результат испытаний, если была проверенавоспроизводимость.

Приложение А
(информационное)

Результаты межлабораторных испытаний

Международное совместное испытание, проведенное восемью лабораториями из пяти различных стран, было выполнено на восемнадцати молочных пробах (шесть проб жидкого молока, шесть проб сливок и шесть проб молочного порошка), полученных с молочных заводов Квебека, Канада. Испытание было организовано Программой Анализы молочных продуктов животных (TroupeauxLaitiers), Квебек.

Полученные результаты подверглись статистическойобработке в соответствии с [2] и [3] и привели к статистическим данным, приведенным вТаблицах А.1 – А.3. Все значения, выраженные в процентах, за исключением коэффициентов изменения, являются массовыми долями.

Таблица А.1 – Результаты испытаний проб жидкого молока

	Испытуемая проба						
	1	2	3	4	5	6	Среднее
Количество участвующих лабораторий после удаления промахов	8	8	7	8	7	8	
Среднее значение массовой доли лактозы, %	4,530	4,466	4,718	4,644	4,364	4,551	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,025	0,023	0,017	0,035	0,011	0,018	0,022
Предел повторяемости,r $r = 2,8\ s_r$, %	0,071	0,065	0,047	0,098	0,031	0,051	0,061
Коэффициент изменения повторяемости, %	0,559	0,523	0,360	0,751	0,258	0,397	0,474
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, %	0,042	0,056	0,044	0,046	0,030	0,058	0,046
Предел воспроизводимости, $R = 2,8\ s_R$, %	0,118	0,156	0,123	0,128	0,085	0,162	0,129
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	0,931	1,249	0,929	0,986	0,692	1,273	1,010

Таблица А.2 – Результатыиспытаний проб сливок

	Испытуемая проба						
	1	2	3	4	5	6	Среднее
Количество участвующих лабораторий после удаления промахов	8	8	7	8	6	6	
Среднее значение массовой доли лактозы, %	1,461	3,822	3,686	2,886	3,256	3,103	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,030	0,015	0,025	0,032	0,009	0,007	0,020
Предел повторяемости, $r = 2,8\ s_r$, %	0,084	0,041	0,069	0,090	0,026	0,020	0,055
Коэффициент изменения повторяемости, %	2,066	0,381	0,672	1,117	0,283	0,224	0,790
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, %	0,171	0,108	0,136	0,118	0,134	0,136	0,134
Предел воспроизводимости, $R = 2,8\ s_R$, %	0,479	0,302	0,380	0,331	0,375	0,382	0,375
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	11,721	2,824	3,686	4,090	4,113	4,397	5,139

Таблица А.3 – Результаты испытаний проб молочного порошка

	Испытательная проба						
	1	2	3	4	5	6	Среднее
Количество участвующих лабораторий после удаления промахов[a]	6	7	7	6	6	7	
Среднее значение массовой доли лактозы, %	48,721	36,348	35,087	52,306	46,460	48,171	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,110	0,040	0,111	0,260	0,157	0,118	0,133
Предел повторяемости, $r = 2,8\ s_r$, %	0,308	0,111	0,312	0,729	0,440	0,331	0,372
Коэффициент изменения повторяемости, %	0,226	0,109	0,318	0,497	0,339	0,245	0,289
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, %	0,130	0,801	0,773	0,709	1,461	1,419	1,049
Предел воспроизводимости, $R = 2,8\ s_R$, %	3,165	2,241	2,1663	1,986	4,091	3,974	2,937
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	2,322	2,202	2,202	1,356	3,145	2,946	2,362

[a] Только семь лабораторий предоставили результаты испытаний молочного порошка.

Библиография

[1] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products – Guidance on sampling(Молокоимолочныепродукты. Руководствопоотборупроб).

[2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1:General principles and definitions(Точность (правильностьипрецизионность) методовирезультатовизмерений. Часть 1. Общиепринципыиопределения).

[3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basicmethod for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильностьипрецизионность) методовирезультатовизмерений. Часть 2.Основнойметодопределенияповторяемостиивоспроизводимостистандартногометодаизмерения).

[4] BIGGSD.A., SZIJARTO, L. Methodforroutinedeterminationoflactoseinmilk, J. DairySci. 1963, 46, pp. 1196-200 (БиггзД.А., Цижарто Л. (SZIJARTO), Метод стандартного определения лактозы в молоке. ЖурналНаукаомолоке. 1963, 46, стр. 1196-200).

[5] HARVEY, J. A high performance liquid chromatography method for lactose determination in milk.Austral. J. DairyTechnol. 1988, 43, pp. 19–20 (ХарвейДж.А. Метод определения содержания лактозы в молоке жидкой хроматографией высокого разрешения. Австрал. Журн. Помолочнымтехнологиям. 1988, 43, стр. 19-20)

[6] BRONS, C., OLIEMAN, C. Study of the high-performance liquid chromatographic separation of reducingsugars, applied to the determination of lactose in milk. J. Chromatogr. 1983, 259, pp. 79–86 (Бронс,С., Олиман, С. Исследование по понижению сахара, применяемого для определения лактозы в молоке жидким хроматографическим разделением высокого разрешения. Ж. Хроматография. 1983, 259, стр. 79-86)

[7] KOOPS, J., OLIEMAN, C. Routine testing of farm milk with the Milko-Scan 203.3. Comparative evaluationof polarimetry, ВЭЖХ, enzymatic assay and reductometry for the determination of lactose. Calibrationfor infra-red analysis of lactose. Calculation of total solids from infra-red measurements, Neth. MilkDairy J. 1985, 39, pp. 89–106 (Купс, Дж., Олиман, С. Стандартное испытание фермерского молока сканированием молока 203.3. Сравнительная оценка поляриметрии, ВЭЖХ, ферментативный анализ и редуктометрия для определения лактозы. Калибровка инфракрасного анализа лактозы. Расчет общего твердого вещества из инфракрасных измерений, Нидерланды, Ж. Молочные продукты, 1985, 39, стр. 89-106).

УДК 637.044 **МКС 67.100.01**

Ключевые слова:молоко, содержание лактозы, стерилизованное молоко, базовая линия, преварительная колонна, стандартный раствор, испытуемая проба, пик лактозы.

Для заметок

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru