ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СҮТ ЖӘНЕ СҮТ ӨНІМДЕРІ

Сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтау

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение титруемой кислотности молочного жира

ҚР СТ ISO/TS 22113-2013

ISO/TS 22113:2012 Milk and milk products – Determination of the titratable acidity of milk fat (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

Сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтау

ҚР СТ ISO/TS 22113-2013

ISO/TS 22113:2012 Milk and milk products – Determination of the titratable acidity of milk fat (IDT)

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Экологиялық таза өнім» стандарттау бойынша № 60 техникалық комитеті («Халықаралық экология академиясы» мекемесі) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 19 қарашадағы № 534-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**.

3 Осы стандарт ISO/TS 22113-2012 «Milk and milk products – Determination of the titratable acidity of milk fat» (Сүт және сүт өнімдері. Сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтау) халықаралық стандартымен бірдей.

ISO/TS 22113-2012 халықаралық стандартын ISO /ТС 34 *Тамақ өнімдері техникалық комитеті*, SC 5, *Сүт және сүт өнімдері* ішкі комитеті *және Халықаралық сүт өндірушілерінің федерациясы (IDF)* әзірледі.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

«Нормативтік сілтемелер» бөлімінде және стандарттың мәтінінде халықаралық стандарттар өзектендірілген.

Негізінде осы ұлттық стандарт дайындалған және сілтемелер берілген халықаралық стандартының ресми данасы Бірыңғай нормативтік техникалық құжаттардың мемлекеттік қорында бар.

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2020 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық сілтемесіне, ал өзгерістер мен түзетулердің мәтіні ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесіне жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (ауыстырылған) немесе жойылған жағдайда, тиісті хабарлама ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесіне жарияланады

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

Мазмұны

	Кіріспе	IV
1	Қолдану саласы	1
2	Принцип	1
3	Реагенттер	1
4	Құралдар	3
5	Сынамаларды сұрыптау	4
6	Сынақ үлгілерін дайындау	4
7	Процедура	5
8	Нәтижелерді есептеу және беру	6
9	Дәлдік	6
10	Сынақ хаттамасы	7
А қосымшасы (*ақпараттық*) Майды бөлу үшін тубалардың модельдері		8
В қосымшасы (*ақпараттық*) Майды еріткіштің бір көлемінде бірнеше үлгіні жүйелі титрлеу үшін типтік құрылғы		9
С қосымшасы (*ақпараттық*) Титрлеу процедурасын аяқтау үшін бастапқы майдың үлгілерін жұмыс үшін дайындау және енгізу бойынша нұсқау		10
D қосымшасы (*ақпараттық*) Зертханааралық тәжірибе		13
Библиография		14

Кіріспе

Осы стандарт негізделген халықаралық стандарт ISO 22113-2012 «Сүт және сүт өнімдері – Титрленетін қышқылдықты анықтау» стандартын қайта қарастыру болып табылады.

ISO 22113-2012 ISO /TC 34 Тамақ өнімдері техникалық комитеті, SC 5, Сүт және сүт өнімдері ішкі комитеті және Халықаралық сүт өндірушілерінің федерациясы (IDF) әзірледі.

IDF (Халықаралық сүт өндірушілерінің федерациясы) барлық әлемде сүт өндірушілердің секторын қамтитын коммерциялық емес ұйым болып табылады. IDF құрамына әр мүше-елден ұлттық комитеттер, сонымен қатар, IDF-пен ынтымақтастық туралы ресми келісім жасаған сүт өндірушілердің аймақтық ассоциациялары кіреді. IDF барлық мүшелері сәйкес техникалық жұмыстарды орындап, IDF тұрақты комитеттерінің құрамында болуға құқылы. IDF және ISO сүт пен сүт өнімдері үшін сараптаманың және сынама сұрыптаудың стандартты әдістерін әзірлеу мәселелері бойынша ынтымақтасады.

Осы стандартта көрсетілген басшылық нұсқаулар сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтаудың әдісіне таралады. Әдіс майдың 4%-дан 6%-ға дейін массалық үлесін алу үшін араластырған жағдайда майдың кез келген мөлшері бар шикі сүттен, зарарсыздандырылған сүттен, кілегейден алынған сүт майына қолданылады.

Бұл әдіс қышқыл сүтті өнімдерге және бактериялық және ферментативтік жұғуға ұшыраған сүтке қолданылмайды.

Титрлеу процедурасы, сондай-ақ, кейбір басқа сүт өнімдерінен бөлінген майларға қолданыла алады.

Осы стандарт құрамында күніне бестен бірнеше жүзге дейін сынамасы бар сынақ үлгілердің топтамасына арналған.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СҮТ ЖӘНЕ СҮТ ӨНІМДЕРІ

Сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтау

Енгізілген күні 2015-01-01

1 Қолдану саласы

Осы стандарт сүт майының титрленетін қышқылдығын анықтаудың таралған әдісін белгілейді. Әдіс:

a) шикі сүттен;

b) зарарсыздандырылған сүттен;

c) құрғақ сүттен қалпына келтірілген сүттен;

d) өнімді майдың 4%-дан 6%-ға дейін массалық үлесін алу үшін араластырған жағдайда кез келген майдың мөлшері бар кілегейден алынған сүт майына қолданылады.

Осы әдіс қышқыл сүтті өнімдерге немесе бактериялық немесе ферментативті жұғуға ұшыраған сүтке қолданылмайды.

1-ЕСКЕРТПЕ Титрлеу процедурасы, сондай-ақ, кейбір басқа сүт өнімдерінен бөлінген майларға қолданыла алады.

2-ЕСКЕРТПЕ Осы стандарт құрамында күніне бестен бірнеше жүзге дейін сынамасы бар сынақ үлгілердің топтамасына арналған.

2 Принцип

Үлгінің белгілі мөлшері құрамында натрий тетрафосфаты және беттік-белсенді заты бар ертіндімен араластырылады. Қоспа майды бөлу үшін қайнап тұрған су моншасында қызытылады. Бөлінетін сүт майының белгілі мөлшері органикалық еріткіште еріп, сілтінің спирттік ерітіндісімен титрленеді.

3 Реагенттер

Дистилденген немесе диминералданған су, немесе эквивалентті таза су белгіленбесе, тек белгілі химиялық таза реагенттер қолданылады.

3.1 Метафосфор қышқылының ерітіндісі, $c(H_3PO_4) \approx 1$ моль/дм^3.

3.2 BDI[1] реагенті. Қосымша қызытылмаған дистилденген судың 700 см^3 натрий тетрафосфатының 70 г ерітіп, араластыру қажет.

1) "BDI" қысқартылған сөзі Сүт өнеркәсібінің бюросы дегенді білдіреді; бұл ұйым осы әдісті алғаш рет әзірледі.

Октилфенилполиэфирдің (этиленгликоль)[2] 30 г қосып, қайтадан араластыру қажет. Бұл қажет болса, фосфор қышқылы ерітіндісінің (3.1) көмегімен pH 6,6 дейін жеткізу. Судың 1 дм^3 ерітіп, араластыру қажет. Егер оны тоңазытқышта және қараңғы жерде сақтаса, реагент 1 ай ішінде тұрақты болып табылады.

ЕСКЕРТПЕ Натрий тетрафосфаты құрамында кейбір басқа полифосфаттардан бөлек негізгі компонент ретінде натрий тетрафосфаты $(NaPO_3)_4$ бар полифосфат болып табылады.

3.3 Тимолсульфонфталеин ерітіндісі, c ($C_{27}H_{30}O_5S$) = 0,1 г/дм^3 пропан-2-олда.

Бастапқы ерітіндіні дайындау үшін натрий тұзының 0,1 г тимолсульфонфталеинмен пропан-2-олдың 100 см^3 еріту қажет. Дәл қолдану алдында бастапқы ерітіндінің бір бөлігін пропан-2-олдың тоғыз бөлігімен еріту қажет.

3.4 Майды еріткіштің ерітіндісі. 60°С-тан 80°С-қа дейін шектегі қайнау температурасында тимолсульфонфталеин ерітіндісінің (3.3 қараңыз) бір бөлігін мұнай эфирінің төрт бөлігімен араластыру қажет.

Майды еріткіштің ерітіндісін қараңғы жерде 1 ай ішінде сақтауға болады.

3.5 Калий фосфорлы сутектің ерітіндісі, моль/дм^3.

Калий фосфорлы сутектің 1,021 1 г көлемі 500 см^3 өлшеу колбасында (4.11 қараңыз) еріту қажет.

3.6 Тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің ерітіндісі, c($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/дм^3 пропан-2-олда және метанол қоспасында.

c($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/дм^3 аяққы концентрацияны алу үшін тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің, c[$(C_4H_9)_4NOH$] = 0,1 моль/дм^3 бір бөлігін пропан-2-ол-дың тоғыз бөлігімен пропан-2-ол-да және метанол қоспасында еріту қажет.

Тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің ерітіндісінің концентрациясы сақтау кезінде және оларды бюреткаларға көшіру кезінде өзгеруі мүмкін. Сондықтан, ерітіндінің нақты концентрациясын тимолсульфонфталеин ерітіндісінің (3.3 қараңыз) көмегімен индикатор ретінде калий фосфорлы сутектің стандартты ерітіндісіне (3.5) қатысты титрлеу жолымен қолдану алдында төрт ондық таңбаға дейін дәлдікпен анықтау қажет.

Бюретканы көмірқышқыл газының енуін болдыртпайтын құрылғымен жабдықтаған жағдайда концентрация 1 ай ішінде тұрақты болады.

3.7 Эксперименттік майлар және бастапқы майлар

3.7.1 Эксперименттік майлар

Май қышқылдығының 0,5 ммоль/100 г деңгейі және майдың 1,0 ммоль/100 г деңгейі бар құрғатылған сүт майының белгілі мөлшерін (мысалы, 1000 г) еріту қажет. Ерітілген құрғатылған сүт майының үлгісін сараптамалық сынамаларға (мысалы, әрқасысы 5 г) бөлу қажет.

Минус 20°С немесе одан да төмен температурада мұздатқыш камерада сақтаған кезде эксперименттік майдың сараптамалық сынамалары 2 жыл бойы сақталуы мүмкін.

---

[2] Тритон Х-100 коммерциялық жағынан тиімді өнімнің мысалы болып табылады. Бұл ақпарат осы құжаттың тұтынушыларының қолайлылығы үшін берілген және ISO және IDF осы өнімнің мақұлдауы болып табылмайды.

Эксперименттік майлардың үлгілері титрлеу процедурасы (7.2 қараңыз) кезінде немесе жұмыстың бір сеансы кезінде немесе уақыттың ұзақ кезеңінде (бірнеше айдан бірнеше жылға дейін) жұмыс арасындағы үзілістер кезінде алынған нәтижелердің жаңартушылығын тексеру үшін қолданылады.

3.7.2 Бастапқы майлар

Бастапқы майлардың үлгілері құрамында май қышқылдығының (негізгі май) аз мөлшері бар, майдың 100 г 0,5 ммоль/100 г-нан 1,5 ммоль/100 г дейін жоғары деңгейлі пальмитин қышқылымен (C_{16}) байытылған сүт майларынан тұрады.

Титрлеу процедурасының дәлдігін регрессия теңдеуінен Формула (1) бойынша тексеруге болады:

$$b(C_{16}) = \alpha + \beta\Delta b \quad (1)$$

$b(C_{16})$ – негізгі майға қосылған, майдың 100 г-дағы ммоль-мен берілген пальмитин қышқылының мөлшері;

Δb – негізгі майдың (дайындаманың) BDI шамасына қысқартылған байытылған үлгілердің BDI мәні.

Бастапқы майдың осы үлгілерін дайындау және қолдану бойынша нұсқаулар С қосымшасында сипатталған.

4 Құралдар

Келесі зертханалық жабдықтар қолданылады.

4.1 Көлемі 10 см^3, 25 см^3 және 50 см^3 **жіберуші тамызғыштар** немесе **шприцтер**.

4.2 Реагенттер қоспасынан алынатын майдың аз мөлшерін жинау үшін жіңішке штоктармен жабдықталған сүтті жинау және салқындату үшін ваннадан тұратын **майды бөлу үшін тубалар**. Штоктың диаметрі, май үлгісін мөлшерленген шприцпен (4.5 қараңыз) алу мүмкіндігі болу үшін, жеткілікті үлкен болуы тиіс. Майды бөлу үшін тубалардың модельдері А қосымшасында көрсетілген. Май өлшеуіштерді (бутирометрлерді) [3] сәйкес қолдану қажет.

ЕСКЕРТПЕ Майды бөлу центруфагалудың арқасында, әсіресе жіңішке штоктары бар тубаларда, жоғарылайды.

4.3 45°С ұ 1°С шектерінде температураны қолдай алатын **су моншасы**.

4.4 95°С тең немесе одан жоғары температураны қолдай алатын **қайнап тұрған су моншасы**.

4.5 Мөлшерленген шприцтер реттеледі және 2 мг дейін дәлдікпен 45°С кезінде 0,25 г шамасында сүт майының нақты мөлшерін жібере алады.

ЕСКЕРТПЕ Тәжірибеден белгілі болғандай, майдың белгілі мөлшерін көлемді тамызғыштың көмегімен дәл және қолайлы көшіруге болады.

4.6 Піскекпен жабдықталған, титрлеудің бір процедурасында титрлеуге тиісті сынақ үлгілерінің көлеміне тәуелді сыйымдылығы 10 см^3-тан 100 см^3-қа дейін **титрлеу үшін ыдыс**.

4.7 0,002 $см^3$ минимум шкаланың бөлінуі бар **микробюретка**.

4.8 Құрамында көмірқышқыл газы жоқ **азотты баллон**.

4.9 Азотты баллонмен (4.8 қараңыз) және титрлеу үшін ыдыспен (4.6) байланыстырылған, қайнау температурасы 60°С-тан 80°С-қа дейін құрамында мұнай эфирі бар **газды жуғыш**.

4.10 Титрлеу үшін ыдысқа (4.6) қосылатын, 600 нм және 620 нм арасындағы толқынның ұзындығында өлшеуге жарамды, батыру зонды бар **колориметр**.

4.11 Көлемі 100 $см^3$-тан 500 $см^3$-қа дейін, [2], А класының бір таңбасы бар **өлшеуіш колбалар**.

1-ЕСКЕРТПЕ Титрлеу үшін ыдыс (4.6 қараңыз), газды жуғыш (4.9 қараңыз) арқылы өтетін тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің сулы емес титрлейтін ерітіндісін (3.6 қараңыз) жіберу үшін микробюретка (4.7) және колориметрге (4.10 қараңыз) қосылған батыру зонды майды еріткіштің бір көлемінде бірнеше үлгілерді жүйелі титрлеу үшін типтік құрылғыға (В қосымшасын қараңыз) жиналған.

2-ЕСКЕРТПЕ Қолмен титрлеу үшін және титрлеудің сындық нүктесін көзбен шолып анықтау үшін құрылғыны жеңілдету үшін, оны батыру зонды бар колориметрсіз орнату қажет.

5 Сынамаларды сұрыптау

Сынамаларды сұрыптау осы техникалық сипаттама құжатта белгіленген әдістің бөлігі болып табылмайды. Сынамаларды сұрыптаудың ұсынылатын әдісі [1] көрсетілген.

Зертханаға тасымалдау немесе сақтау кезінде басқа өзгерістерге ұшырамаған, зақымданулары жоқ көрнекі үлгі беріледі.

6 Сынақ үлгілерін дайындау

6.1 Сақтау және консервация

Сүттің немесе кілегейдің сынақ үлгілері 0°С-тан 4°С-қа дейін температурада сақталып, тасымалданады (құрғақ сүтті қоршаған ортаның температурасында сақтауға болады), оларды талдауды 36 сағат ішінде жүргізу қажет.

Ұзақ сақтаған кезде немесе тоңазытқышта минус 5°С температурасында сақтаған кезде сынақ үлгілері соңғы концентрациясы 0,2 г/$дм^3$ H_2O_2 сутек тотығының көмегімен консервациялануы жөн. Бұл жағдайда үлгілерді 4 күн бойы сақтауға болады.

6.2 Сынақ үлгісін алдын ала өңдеу

6.2.1 Сүт үлгісі

Сынақ үлгілерін олардың температурасын жоғарылатпай инверттеу жолымен бірнеше рет араластыру қажет.

6.2.2 Кілегей үлгісі

Кілегей үлгісін 4%-дан 6%-ға дейін майдың массалық үлесін алу үшін сәйкес майсыздандырылған сүтті немесе суды пайдаланып, еріту қажет.

Кілегейді араластыру үшін суды пайдалану бастапқы сүтпен салыстырғанда бос май қышқылдарының (БМҚ) деңгейін лайықсыз бағалануына алып келеді.

6.2.3 Құрғақ сүт үлгісі

Құрғақ сүттің 13 г сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшеуіш колбада (4.11) еріту қажет. 60 мл су қосып, миксердің көмегімен бөлме температурасында 70 мин ішінде араластыру қажет. 100 $см^3$ таңбасына дейін сумен араластыру қажет.

7 Процедура

7.1 Майды бөлу

Сынақ үлгісінің (сүттің, араластырылған кілегейдің немесе қалпына келтірілген құрғақ сүттің) (6.2 қараңыз) 3,5 бөлігін (ұ3%) BDI реагенттің (3.2 қараңыз) 1 бөлігімен (ұ1,5%) майды бөлі үшін тубада келесі мөлшерлерді пайдаланып араластыру:

а) MONED тубасын (4.2 қараңыз) пайдаланған кезде сынақ үлгісінің (6.2 қараңыз) 31 $см^3$ ± 1 $см^3$ және BDI реагентінің (3.2 қараңыз) 8,9 $см^3$ + 0,1 $см^3$ араластыру;

б) Ван Гуликтің май өлшеуішін (4.2) пайдаланған кезде сынақ үлгісінің (6.2 қараңыз) 16,0 $см^3$ + 0,5 $см^3$ және BDI реагентінің (3.2 қараңыз) 4,5 $см^3$ + 0,1 $см^3$ араластыру;

в) басқа тубаларды пайдаланған кезде сынақ үлгісінің (6.2 қараңыз) және BDI реагентінің (3.2 қараңыз) көлемдік үлестерін 3,5 + 1 қатынасында, майды бөлу үшін тубалардың штогында майдың бағанасы (4.2 қараңыз) болатындай көлемді пайдаланып араластыру.

Толғаннан кейін майды бөлу үшін тубаны жауып, оның құрамын араластыру қажет.

Шикі сүттен алынған сынақ үлгісін мұқият, бірнеше рет инверттеу жолымен араластыру қажет. Өңделген сүттен немесе қалпына келтірілген құрғақ сүттен алынған сынақ үлгілерін майдың ұқыпты бөлінуін алу үшін қарқынды шайқау қажет.

5 мин ішінде тубаны қайнап тұрған су моншасына (4.4 қараңыз) салып, оны қайнап тұрған су моншасында 95°С тең немесе одан жоғары температурада 15 мин бойы ұстау қажет. Майдың бөлінуі одан да жақсы өтуі үшін жіңішке штоктары бар тубаларды және шикі сүттен бөлек басқа сүт үлгілерін центрифугалау қажеттілігі туындауы мүмкін.

Май нашар бөлінсе, тубаларды майдың қатаюы үшін тоңазытқышқа салу қажет. Қайнап тұрған су моншасында қайта қызытудан кейін майдың бөлінуі күшейеді. Барлық жағдайларда май мөлдір болып, оның құрамында ешқандай бөлшектер болмауы тиіс.

Майды бөлгеннен кейін тубаны су моншасына (4.3 қараңыз) 45°С температурасында ұстау қажет. Су деңгейінің туба құрамының жоғарғы деңгейінен жоғары сақталуына көз жеткізу қажет.

7.2 Титрлеу

Титрлеуді құрамында көмірқышқыл газы жоқ атмосферада титрлеуге дайындалған ыдыста (4.6 қараңыз) жүргізу қажет. Титрлеу үшін ыдысты газды жуғышпен (4.9 қараңыз) байланыстырылған азотты баллонға (4.8 қараңыз) қосу қажет. Мұнай эфирінің буланууын өтеу үшін газды жуғышты ұдайы толтыру қажет.

Майды еріткіштің (3.4 қараңыз) сәйкес көлемін және эксперименттік майдың (3.7.1 қараңыз) 0,25 г ішінен алдын ала азоттың көмегімен көмірқышқыл газы шығарылған титрлеу үшін ыдыска (4.6 қараңыз) салу қажет.

Колориметр толқынының ұзындығын орнатуда бақылау қажет. 0% (қара) және 100% (май үлгісі бар майды еріткіш) жіберу кезінде колориметрдің шәкілін реттеу қажет.

Титрлеудің сынақ нүктесін жіберу шәкілі бойынша 70% реттеу қажет. Майды еріткішті тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің ерітіндісінің (3.6 қараңыз) көмегімен бейтараптандыру қажет.

Мөлшерленген шприцтің (4.5 қараңыз) көмегімен эксперименттік майдың белгілі мөлшерін, 0,25 г шамасында қосып, титрлеуді бастау қажет. Қайталаушылық талаптарына (9.2 қараңыз) сәйкес келу үшін процедураны бес рет қайталау қажет.

Эксперименттік май үшін алынған нәтижелер қайталаушылық шектерінің диапазонынан тыс болса, титрлеу құрылғысын (В қосымшасы) және титрлеу процедурасының өзін тексеру қажет.

Мөлшерленген шприцтің (4.5 қараңыз) көмегімен сынаманы (майдың дайындалған үлгісінің 0,25 г шамасында (7.1 қараңыз)) титрлеу үшін ыдысқа көшіріп, титрлеуді бастау қажет.

Майды еріткіштің 2 $см^3$ титрлеудің (мысалы, майды еріткіштің 40 $см^3$ көлеміндегі титрлеудің 60 процедурасы) 3 процедурасын аяқталғаннан кейін майды еріткішті жаңа еріткішке ауыстыру қажет.

Үлгілердің кіші мөлшерін титрлеу кезінде титрлеудің сынақ нүктесі түстің өзгеруін (сарыдан ақшыл жасылға дейін) көзбен шолып бақылау жолымен бағалана алады.

8 Нәтижелерді есептеу және көрсету

8.1 Есептеу

Майдың 100 г ммоль-мен берілген сынақ үлгісі майының қышқылдығын, b_{H^+}, Формула (2) арқылы есептеу қажет:

$$b_{H^+} = \frac{V_c}{m} \times 100 \qquad (2)$$

V – титрлеу процедурасында қолданылатын тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің ерітіндісінің (3.6) үш ондық таңбаға дейін дәлдікпен берілген көлем, $см^3$;

c - тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің ерітіндісінің (3.6 қараңыз) төрт ондық таңбаға дейін дәлдікпен берілген дәл концентрациясы, моль/$дм^3$;

m – мөлшерленген шприцпен титрлеу үшін ыдысқа көшірілген майдың үш ондық таңбаға дейін дәлдікпен берілген салмағы, г.

8.2 Нәтижелерді беру

Сынақ нәтижелерін екі ондық таңбаға дейін дәлдікпен беру қажет.

9 Дәлдік

9.1 Зертханааралық сынақ

Осы зертханааралық сынақтан алынған қайталаушылық мәндері [4] және [5] сәйкес анықталған. Сынаққа тек үш зертхана қатысты.

Алынған мәндерді тек болжалды ретінде ғана қарастыру жөн. Әдістің дәлдігін зертханааралық сынау туралы толық ақпарат Г қосымшасында берілген.

9.2 Қайталаушылық

Уақыттың қысқа аралығында бір жабдықты пайдаланып, бір оператормен бір зертханада бір сынақ материалында бір әдіспен алынған бір қайтара сынақтың екі бөлек

нәтижелері арасында абсолюттік айырмашылық болжалды жағдайлардың 5%, яғни 0,072 ммоль/100 г артық емес, құрайды.

10 Сынақ хаттамасы

Сынақ хаттамасында келесі ақпарат болуы қажет:

a) үлгіні толық сәйкестіндіру үшін қажетті барлық ақпарат;

b) әдіс белгілі болса, сынамаларды сұрыптаудың қолданылатын әдісі;

c) сынақтың қолданылатын әдісі және осы стандартқа сілтеме;

d) осы стандартта көрсетілмеген немесе қосымша ретінде қарастырылатын жұмыс егжей-тегжейлері, сынақтың нәтижесіне (нәтижелеріне) әсер ете алатын кез келген басқа жұмыс егжей-тегжейлерді қоса;

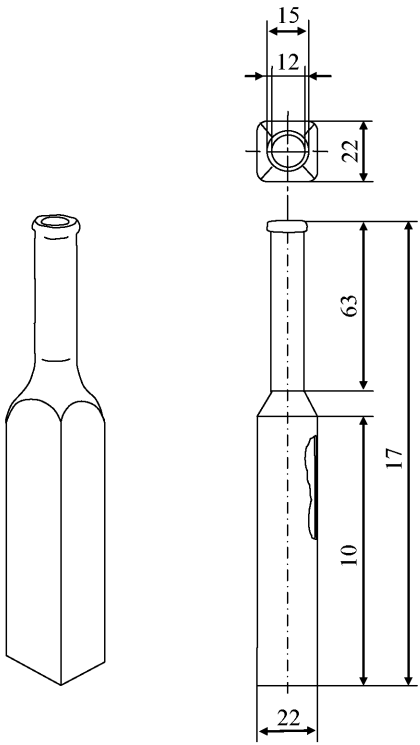
e) сынақтың алынған нәтижесі (нәтижелері);

f) қайталаушылық тексерілсе, соңғы нәтижелер.

А қосымшасы
(ақпараттық)

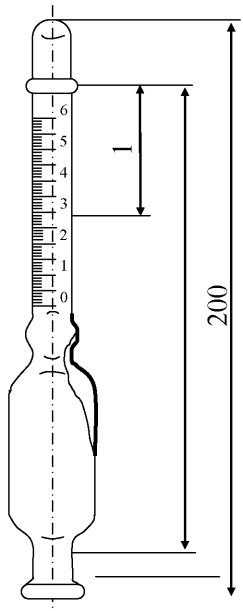
Майды бөлу үшін тубалардың модельдері

Өлшемдер, мм



А.1-сурет —MONED тубасы

Өлшемдер, мм

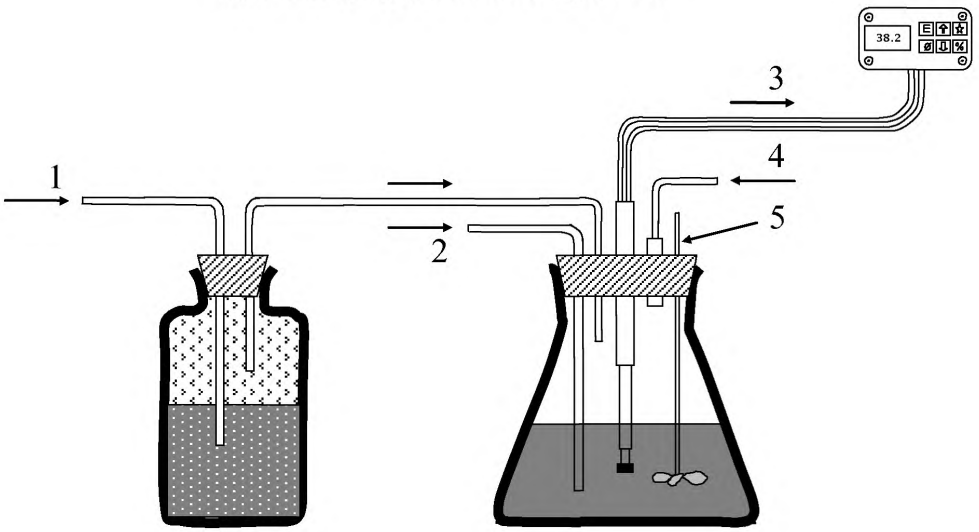


Шартты белгілер
1 бөлінген май

А.2-сурет — Майды бөлу үшін тубаның жалпы моделі

В қосымшасы
(ақпараттық)

Майды еріткіштің бір көлемінде бірнеше үлгіні жүйелі титрлеу үшін типтік құрылғы



Шартты белгілер

1 құрамында мұнай эфирі бар газды жуғыш арқылы өтетін азотты баллон

2 тетра-н-бутиламмоний гидроксидінің сулы емес титрлейтін ерітіндісін жіберу үшін саңылау

3 колориметрге қосылған оптикалық зонд

4 майды еріткішті және май үлгілерін енгізу үшін саңылау

5 араластырғыш құрылғы

Б.1-сурет — Жүйелі титрлеу үшін титрлеудің типтік құрылғысы

С қосымшасы
(ақпараттық)

Титрлеу процедурасын аяқтау үшін бастапқы майдың үлгілерін жұмыс үшін дайындау және енгізу бойынша нұсқау

В.1 Бастапқы майдың үлгілерін дайындау

В.1.1 Негізгі сүт майы

Майдың төмен қышқылдығы бар сүт майының жеткілікті мөлшерін алу қажет. 38°С кезінде еріту қажет.

В.1.2 Пальмитин қышқылымен (C_{16}) байытылған бастапқы майларды дайындау

В.1.2.1 Майдың 100 г пальмитин қышқылының 1,25 ммолімен байытылған бастапқы А майы.

0,1 мг дейін дәлдікпен пальмитин қышқылының 0,962 г + 0,001 г өлшеу қажет. Пальмитин қышқылын негізгі сүт майының (В.1.1) 300 г ерітіп, араластыру қажет.

Осы тәсілмен дайындалған бастапқы А майының 0,01 г дейін дәлдікпен жалпы салмағын өлшеу қажет.

100 % таза пальмитин қышқылы жоқ. Сондықтан, пальмитин қышқылын салмақтау кезінде оның тазалығын ескеру қажет. Мысалы, құрамында "минимум 98%" бар пальмитин қышқылын енгізген кезде, салмақталуға тиісті пальмитин қышқылының салмағы 0,962 г орнына, шамамен 0,962/0,98 = 0,982 г құрауы қажет.

Пальмитин қышқылының бастапқы майдағы деңгейін, $b(C_{16})_{1,25}$, ммоль/100 г, Формула (В.1) арқылы есептеу қажет:

$$b(C_{16})_{1.25} = \frac{w m_1 \times 10^5}{m_2 M}, \qquad \text{(В.1)}$$

w – пальмитин қышқылының тазалығының сандық мәні, массалық үлес ретінде (w әдетте 0,98 және 1,00 аралығындағы шектерде болады);

m_1 – бастапқы А майын дайындау үшін пальмитин қышқылының салмағы, г;

m_2 – дайындалған бастапқы А майының жалпы көлемінің салмағы, г;

M – пальмитин қышқылының молекулалық салмағы, г (M = 256,43 г/моль).

В.1.2.2 Майдың 100 г пальмитин қышқылының 1,00 ммолімен байытылған бастапқы В майы.

0,1 мг дейін дәлдікпен бастапқы А майының (В.1.2.1) 80 г + 0,01 г өлшеу қажет. Бастапқы майды негізгі сүт майының (В.1.1) 20 г + 0,01 г ерітіп, араластыру қажет.

Осы тәсілмен дайындалған бастапқы В майының 0,01 г дейін дәлдікпен жалпы салмағын өлшеу қажет.

Пальмитин қышқылының бастапқы сүт майындағы деңгейін, $b(C_{16})_{1,00}$, ммоль/100 г, Формула (В.2) арқылы есептеу қажет:

$$b(C_{16})_{1.00} = b(C_{16})_{1.25} \frac{m_3}{m_4}, \qquad \text{(В.2)}$$

m_3 – негізгі сүт майында ерітілген бастапқы А майының салмағы, г;

m_4 – дайындалған бастапқы В майының жалпы көлемінің салмағы, г.

В.1.2.3 Майдың 100 г пальмитин қышқылының 0,75 ммолімен байытылған бастапқы С майы.

0,1 мг дейін дәлдікпен бастапқы А майының (В.1.2.1) 60 г + 0,01 г өлшеу қажет. Бастапқы А майын негізгі сүт майының (В.1.1) шамамен 40 г + 0,01 г ерітіп, араластыру қажет.

Осы тәсілмен дайындалған бастапқы С майының 0,01 г дейін дәлдікпен жалпы салмағын өлшеу қажет.

Пальмитин қышқылының бастапқы сүт майындағы деңгейін, $b(C_{16})_{0,75}$, ммоль/100 г, Формула (В.3) арқылы есептеу қажет:

$$b(C_{16})_{0,75} = b(C_{16})_{1,25}\frac{m_5}{m_6}, \quad \text{(В.3)}$$

m_5 – негізгі сүт майында ерітілген бастапқы А майының салмағы, г;

m_6 – дайындалған бастапқы С майының жалпы көлемінің салмағы, г.

В.1.2.4 Майдың 100 г пальмитин қышқылының 0,50 ммолімен байытылған бастапқы D майы.

0,01 г дейін дәлдікпен бастапқы А майының 40 г + 0,01 г өлшеу қажет. Бастапқы А майын негізгі сүт майының (В.1.1) 60 г + 0,01 г ерітіп, араластыру қажет.

Осы тәсілмен дайындалған бастапқы D майының 0,01 г дейін дәлдікпен жалпы салмағын өлшеу қажет.

Пальмитин қышқылының бастапқы сүт майындағы деңгейін, $b(C_{16})_{0,50}$, ммоль/100 г, Формула (В.4) арқылы есептеу қажет:

$$b(C_{16})_{0,50} = b(C_{16})_{1.25}\frac{m_7}{m_8}, \quad \text{(В.4)}$$

m_7 – негізгі сүт майында ерітілген бастапқы А майының салмағы, г;

m_8 – дайындалған бастапқы D майының жалпы көлемінің салмағы, г.

В.2 Бастапқы майдың үлгілерін жұмысқа енгізу

В.2.1 Бастапқы майдың қышқылдығын анықтау

Процедураға (7.2) сәйкес негізгі сүт майының (В.1.1) (дайындама) қышқылдығын және бастапқы майдың төрт үлгісінің май қышқылдығының мәндерін, $b_{1,25}$, $b_{1,00}$, $b_{0,75}$ және $b_{0,50}$, анықтау қажет.

В.2.2 Нәтижелерді есептеу және бағалау

В.1-кесте — Есептер

Үлгіні сәйкестендіру	Бастапқы май үлгісіндегі пальмитин қышқылының деңгейі, $b(C_{16})_{i,\ ref}$	7.2 сәйкес анықталған BDI мәні	Δb_N $(b_i - b_0)$	$\Delta b_N / b(C_{16})_{i,\ ref}$ қатынасы
Негізгі май (дайындама)		b_0		
Бастапқы A майы	$b(C_{16})_{1,25}$	$b_{1,25}$	Δb_A	$[\Delta b_A/b(C_{16})_{1,25}]_A$
Бастапқы B майы	$b(C_{16})_{1,00}$	$b_{1,00}$	Δb_B	$[\Delta b_B/b(C_{16})_{1,00}]_B$
Бастапқы C майы	$b(C_{16})_{0,75}$	$b_{0,75}$	Δb_C	$[\Delta b_C/b(C_{16})_{0,75}]_C$
Бастапқы D майы	$b(C_{16})_{0,50}$	$b_{0,50}$	Δb_D	$[\Delta b_D/b(C_{16})_{0,50}]_D$

В.1-кестесінде көрсетілген мөлшерлерді жинақтау:

а) 2-бағана бастапқы A, B, C және D майларындағы пальмитин қышқылының деңгейлерін санап шығады;

б) 3-бағана титрлеу процедурасына (7.2) сәйкес анықталған бастапқы A, B, C және D майларындағы BDI мәндерін санап шығады;

в) 4-бағана бастапқы A, B, C және D майларындағы BDI мәндерінен негізгі майдың BDI мәнін, b_0, азайту жолымен Δb_A, Δb_B, Δb_C, және Δb_D мәндерін санап шығады.

Бастапқы майдың әр үлгісі үшін $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$ қатынасын есептеу қажет, бұл жерде сәйкесінше N A, B, C және D, ал i 1,25, 1,00, 0,75 және 0,50 болып табылады.

Сонымен қатар, регрессия теңдеуінің (В.5) қалдық стандартты ауытқуын е, $s_b(C_{16})_{p,b}$, есептеу қажет:

$$b(C_{16})_p = \alpha + \beta b, \qquad (B.5)$$

$b(C_{16})_p$ – бастапқы майдың үлгілерінде пальмитин қышқылының есептік деңгейін (В.1.1) көрсетеді;

b – бастапқы май үлгілерінің BDI мәндерін (В.1.2) көрсетеді.

Егер $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$ қатынастарының бірі немесе одан да көбі 1,00 $\pm$ 0,05 диапазонынан тыс болса (яғни, нәтижелер есептік мәндерден 5% артық ауытқыса) немесе қалдық стандартты ауытқу $s_b(C_{16})_{p,b}$ > 0,02 ммоль/майдың 100 г болса, титрлеу үшін ерітіндіні (4.6), титрлеу үшін құрылғыны (В қосымшасы) және титрлеу процедурасының өзін (7.2) тексеру қажет.

Қажетті тексерулерден кейін эксперименттік майда (4.7.1) және бастапқы майдың үлгілерінде (4.7.2) титрлеу нәтижелерінің жақсы қайталаушылығы расталса, бірақ ауытқулар бұрынғыдай 1,00 $\pm$ 0,05 диапазонынан тыс болса, бұл титрлеудің нәтижелерінің жүйелік, бірақ жаңартылып тұратын ауытқуы бар екендігін білдіреді. Бұл мәселе, ең алдымен, сенімді нәтижелер алу үшін шешілуі қажет.

ЕСКЕРТПЕ Бұл жүйелік қателік, мөлшерленген шприцпен (4.5) немесе микробюреткамен (4.7) нақты көшірілген көлемдерді бағалаудағы қатенің салдарынан болуы мүмкін.

D қосымшасы
(ақпараттық)

Зертханааралық тәжірибе

Үш зертхана қатысқан зертханааралық бірлескен қосарланған бақылау сынағы алты сынақ үлгісінде жүргізілді. Сынаққа келесі үлгілер болды:

а) сұйық сүттің екі сынақ үлгісі (S1 және S2);

б) құрғақ сүттің екі сынақ үлгісі (S3 және S4);

в) кілегейдің екі сынақ үлгісі (S5 және S6).

Үлгілер Cecalait Сүт өнеркәсібін сараптау және талдау орталығымен, Полиньи (Франция), дайындалды және таратылды, орталық, сонымен қатар, Г.1-кестесінде көрсетілген статистикалық талдау жүргізді.

Г.1-кесте — Тәжірибе нәтижелері

Параметр	Үлгі						Орта мәні
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
Қатысушы зертханалардың саны	3	3	3	3	3	3	
Орта мәні, моль/майдың 100 г	1,273	0,674	0,593	0,484	0,331	0,257	
Қайталаушылықтың стандартты ауытқуы, s_r, ммоль/майдың 100г	0,031	0,018	0,043	0,019	0,021	0,010	0,026
Қайталаушылықтың шегі, $r(=2,8s_r)$, ммоль/майдың 100 г	0,086	0,051	0,118	0,052	0,058	0,028	0,072
Стандартты ауытқу, c, ммоль/майдың 100 г	0,064	0,037	0,062	0,004	0,011	0,036	

Библиография

[1] ISO 707|IDF 50:2008, Milk and milk products - Guidance on sampling (Сүт және сүт өнімдері — Сынамаларды сұрыптау бойынша нұсқау)

[2] ISO 1042-1998, Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks (Зертханалық шыны ыдыс— Бір таңбасы бар өлшеуіш колбалар)

[3] ISO 3432|IDF 221:2008, Cheese - Determination of fat content - Butyrometer for Van Gulik method (Ірімшік — Май мөлшерін анықтау — Ван Гулик әдісі үшін бутирометр)

[4] ISO 5725-1:2002, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1. General principles and definitions (Әдістердің және өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлме-дәлдігі). 1-бөлім. Негізгі ережелер және анықтамалар)

[5] ISO 5725-2:2002, 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 (Әдістердің және өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлме-дәлдігі). 2-бөлім. Өлшеудің стандартты әдісінің қайталаушылығын және жаңартушылығын анықтаудың негізгі әдісі)

[6] CARTIER, P., CHILLIARD, Y., CHAZAL, M.P. Dosage de l'activitй lipasique et des acides gras libres du lait par titration automatique colorimйtrique [Determination of milk lipase activity and milk free fatty acid content using colorimetric automatic titration]. Lait 1984, 64, pp. 340–355 (Картиер П., Чиллиард И., Чазал М.П. Dosage de l'activite lipasique et des acides gras libres du lait par titration automatique colorimetrique [Колориметрлік автоматтық титрлеу көмегімен сүттегі сүт липазасының белсенділігін және бос май қышқылының мөлшерін анықтау]. Lait 1984, 64, 340-355 беттер)

[7] DRIESSEN, F.M., JELLEMA, A., VAN LUIN, F.J.P., STADHOUDERS, J., WOLBERS, G.J.M. The estimation of the fat acidity in raw milk. An adaptation of the BDI method, suitable for routine assays. Neth. Milk Dairy J. 1977, 31, pp. 40–55 (Дриссен Ф.М., Джеллема А., Ван Луин Ф.Дж.Р., Штадхаудерс Дж., Уолберс Г.Дж.М. Шикі сүттегі май қышқылдығын анықтау. Ағымдағы сараптамаларды жүргізу үшін қолданылатын BDI әдісін бейімдеу. Neth. Milk Dairy J. 1977, 31, 40-55 беттер)

[8] EVERS, J.M., LUCKMAN, S., PALFREYMAN, K.R. The BDI method — Part 1: Determination of free fatty acids in cream and whole milk powder. Austral. J. Dairy Technol. 2000, 55, pp. 33–36 (Эверс Дж.М., Лукман С., Палфрейман К.Р. BDI әдісі — 1-бөлім: Кілегейдегі және қаймағы алынбаған құрғақ сүттегі бос май қышқылдарын анықтау. Austral. J. Dairy Technol. 2000, 55, 33-36 беттер)

[9] EVERS, J.M. Determination of free fatty acids in milk using the BDI method — Some practical and theoretical aspects. Int. Dairy J. 2003, 13, pp. 111–121 (Эверс Дж.М. BDI әдісі арқылы сүттегі бос май қышқылдарын анықтау — Кейбір практикалық және теориялық аспектілер. Int. Dairy J. 2003, 13, 111-121 беттер)

[10] JELLEMA, A. Automatische titratie met behulp van een colorimeter bij the bepaling van de zuurtegraad van het vet. Verslag van een orilmterend onderzoek [Automatic titration with the aid of a colorimeter in the determination of the degree of fat acidity. Report of an exploratory study]. MOC in Wageningen, in cooperation with Instrument Trading "South Holland" v/h A. Hцfelt BV in The Hague, 1979-11 (Джеллема А. Automatische titratie met behulp van een colorimeter bij the bepaling van de zuurtegraad van het vet. Verslag van een orienterend onderzoek [Май қышқылдығының дәрежесін анықтаған кезде колориметрдің көмегімен автоматты титрлеу. Іздеу зерттеуінің есебі]. МОС в Вагенингене, Сауда актісімен бірлесіп істеу " Оң түстік Голландия " v/h А. Хёфельт BV в Гааге, 1979-11)

[11] JELLEMA, A., OGER, R., VAN REUSEL, A. Milk fat products and butter — Determination of fat acidity. Collaborative study by Joint IDF/ISO/AOAC Group E39. Bull. *IDF* 1988, (235), pp. 81–91 (Джеллема А., Огер Р., Ван Реузел А. Сүт өнімдері және май —

Майдың қышқылдығын анықтау. IDF/ISO/AOAC, Е39 тобының бірлескен зерттеуі. Bull. IDF 1988, (235), 81-91 беттер)

[12] KUZDZAL-SAVOIE, S. Determination of free fatty acids in milk and milk produts. Bull. IDF 1980, (118), pp. 53–66 (Куздзал-Савойи С. Сүттегі және сүт өнімдеріндегі бос май қышқылдарын анықтау. Bull. *IDF* 1980, (118), 53-66 беттер)

[13] PERRIN, D.R., PERRIN, D.D. The determination of free fatty acids in milk. J. Dairy Res. 1958, 25, pp. 221–227 (Перрин Д.Р., Перрин Д.Д. Сүттегі бос май қышқылдарын анықтау. J. Dairy Res. 1958, 25, 221-227 беттер)

[14] Standard methods for the examination of dairy products, 17th edition. New York, NY: American Public Health Association, 2004 (Сүт өнімдерін тексерудің стандартты әдістері, 17-басылым. Нью-Йорк, NY: Қоғамдық денсаулық сақтаудың американдық ассоциациясы, 2004)

[15] VAN REUSEL, A. Contribution a l'йtude de la dйtermination des acides gras libres dans le lait et les produits laitiers. [Contribution to the study of the determination of free fatty acids in milk and dairy products]. Gembloux: Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, 1989. (Мйmoire n° 12.) (Ван Реузел А. Contribution a l'etude de la determination des acides gras libres dans le lait et les produits laitiers. [Сүттегі және сүт өнімдеріндегі бос май қышқылдарын анықтауды зерттеуге үлес]. Gembloux: Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, 1989. (Memoire n° 12))

ӘОЖ 637.1/.3:637.043.064:006.354 **МСЖ 67.100.10**

Түйін сөздер: сүт майы, титрленетін қышқылдық, сүт өнімдері, қышқыл сүтті өнімдер, титрлеу процедурасы, майды бөлу, майды еріткіш

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение титруемой кислотности молочного жира

СТ РК ISO/TS 22113-2013

ISO/TS 22113:2012 Milk and milk products – Determination of the titratable acidity of milk fat (IDT)

Издание официальное

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

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации № 60 «Экологически чистая продукция» (Учреждение «Международная академия экологии»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 19 ноября 2013 года № 534-од.

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO/TS 22113-2012 «Milk and milk products – Determination of the titratable acidity of milk fat» (Молоко и молочные продукты. Определение титруемой кислотности молочного жира).

ISO/TS 22113-2012 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5, Молоко и молочные продукты и Международной федерацией производителей молока (IDF).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен (разработан) настоящий национальный и на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия - идентичная, (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2020 г**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего Стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежегодно издаваемом 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.

Содержание

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Принцип	1
3	Реагенты	1
4	Приборы	3
5	Отбор проб	4
6	Подготовка испытательных образцов	4
7	Процедура	5
8	Расчет и выражение результатов	6
9	Точность	6
10	Протокол испытания	7
Приложение А (*информационное*) Модели туб для отделения жира		8
Приложение В (*информационное*) Типовое устройство для последовательного титрования нескольких образцов в одном объеме растворителя жира		9
Приложение С (*информационное*) Руководство по подготовке и вводу в работу образцов первичного жира для завершения процедуры титрования		10
Приложение D (*информационное*) Межлабораторный эксперимент		13
Библиография		14

Введение

Международный стандарт, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, является пересмотром ISO 22113-2012 «Молоко и молочные продукты – Определение титруемой кислотности.

ISO 22113-2012 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5, Молоко и молочные продукты и Международной федерацией производителей молока (IDF) и молочного жира».

IDF (Международная федерация производителей молока) является некоммерческой организацией, представляющей сектор производителей молока по всему миру. В состав IDF входят национальные комитеты в каждой из стран-членов, а также региональные ассоциации производителей молока, подписавшие официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. Все члены IDF, выполняя соответствующие технические работы, имеют право быть представленными в составе постоянных комитетов IDF. IDF сотрудничает с ISO по вопросу разработки стандартных методов анализа и отбора проб для молока и молочных продуктов.

Руководящие указания, содержащиеся в настоящем стандарте, распространяются на метод определения титруемой кислотности молочного жира. Метод применим к молочному жиру, полученному из сырого молока, пастеризованного молока, сливок с любым содержанием жира при условии, что продукт разбавляют так, чтобы получить массовую долю жира в пределах от 4 % до 6 %.

Этот метод не применяется к кисломолочным продуктам или к молоку, подвергшемуся бактериальному или ферментативному заражению.

Процедура титрования также может быть применена к жирам, отделенным от некоторых других молочных продуктов.

Настоящий стандарт предназначен для партий испытательных образцов, содержащих от пяти до нескольких сотен проб в день.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение титруемой кислотности молочного жира

Дата введения 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает распространенный метод определения титруемой кислотности молочного жира. Метод применим к молочному жиру, полученному из:

a) сырого молока;

b) пастеризованного молока;

c) молока, восстановленного из сухого молока;

d) сливок с любым содержанием жира при условии, что продукт разбавляют так, чтобы получить массовую долю жира в пределах от 4 % до 6 %.

Данный метод не применяется к кисломолочным продуктам или к молоку, подвергшемуся бактериальному или ферментативному заражению.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Процедура титрования также может быть применена к жирам, отделенным от некоторых других молочных продуктов.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Настоящий стандарт предназначен для партий испытательных образцов, содержащих от пяти до нескольких сотен проб в день.

2 Принцип

Определенное количество образца тщательно смешивается с раствором, содержащим тетрафосфат натрия и поверхностно-активное вещество. Смесь нагревается на кипящей водяной бане для отделения жира. Известное количество извлекаемого молочного жира растворяется в органическом растворителе и титруется спиртовым раствором щелочи.

3 Реагенты

Используются только реагенты с известной химической чистотой, если не указаны дистиллированная или деминерализованная вода, или вода эквивалентной чистоты.

3.1 Раствор метафосфорной кислоты, $c(H_3PO_4) \approx 1$ моль/дм^3.

3.2 BDI[1)] реагент. Растворить 70 г тетрафосфата натрия приблизительно в 700 см^3 дистиллированной воды без дополнительного разогрева и перемешать.

1) Сокращение "BDI" означает Бюро молочной промышленности; эта организация впервые разработала этот метод.

Издание официальное

Добавить 30 г октилфенилполиэфира (этиленгликоль)[2)] и снова перемешать. Довести pH до 6,6 с помощью раствора фосфорной кислоты (3.1), если это необходимо. Развести в 1 $дм^3$ воды и перемешать. Если хранить в холодильнике и в темноте, BDI реагент стабилен в течение 1 месяца.

ПРИМЕЧАНИЕ Тетрафосфат натрия является полифосфатом, содержащим тетрафосфат натрия $(NaPO_3)_4$ в качестве основного компонента помимо некоторых других полифосфатов.

3.3 Раствор тимолсульфонфталеина, c ($C_{27}H_{30}O_5S$) = 0,1 г/$дм^3$ в пропан-2-ол.

Растворить 0,1 г натриевой соли с тимолсульфонфталеином в 100 $см^3$ пропан-2-ол, чтобы приготовить первичный раствор. Непосредственно перед использованием разбавить одну часть первичного раствора с девятью частями пропан-2-ола.

3.4 Раствор растворителя жира. Смешать одну часть раствора тимолсульфонфталеина (см. 3.3) с четырьмя частями петролейного эфира при температуре кипения в пределах от 60 °С до 80 °С.

Раствор растворителя жира можно хранить в темном месте в течение 1 месяца.

3.5 Раствор калиевого фосфористого водорода, моль/$дм^3$.

Растворить 1,021 1г калиевого фосфористого водорода в мерной колбе объемом 500 $см^3$ (см. 4.11). **3.6 Раствор гидроксида тетра-н-бутиламмония,** c($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/$дм^3$ в пропан-2-ол и метаноловой смеси.

Развести одну часть гидроксида тетра-н-бутиламмония, c[$(C_4H_9)_4NOH$] = 0,1 моль/$дм^3$ в пропан-2-ол и метаноловой смеси с девятью частями пропан-2-ол, чтобы получить конечную концентрацию c($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/$дм^3$.

Концентрация раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония может изменяться при хранении и при перемещении их в бюретки. По этим причинам определить фактическую концентрацию раствора с точностью до четырех десятичных знаков перед использованием путем титрования относительно стандартного раствора калиевого фосфористого водорода (3.5) с помощью раствора тимолсульфонфталеина (см.3.3) в качестве индикатора.

При оснащении бюретки устройством, препятствующим проникновению углекислого газа, то концентрация стабильна в течение 1 месяца.

3.7 Экспериментальные жиры и первичные жиры

3.7.1 Экспериментальные жиры

Растопить некоторое количество обезвоженного молочного жира (например, 1000 г) с уровнем кислотности жира от 0,5 ммоль/100 г и 1,0 ммоль/100 г жира. Разделить образец растопленного обезвоженного молочного жира на аналитические пробы (например, по 5 г каждую).

При хранении в морозильной камере при температуре минус 20 °С или ниже, аналитические пробы экспериментального жира могут храниться в течение 2 лет.

[2)] Тритон X-100 является примером подходящего продукта, доступного с коммерческой точки зрения. Эта информация приведена для удобства пользователей этого документа, и не является одобрением этого продукта ISO и IDF.

Образцы экспериментального жира используются для проверки воспроизводимости результатов, полученных в ходе процедуры титрования (см.7.2), либо в течение одного сеанса работы или в перерывах между работой в течение длительного периода времени (от нескольких месяцев до нескольких лет).

3.7.2 Первичные жиры

Образцы первичного жира состоят из молочных жиров с низким содержанием кислотности жира (основной жир), обогащенных пальмитиновой кислотой повышенного уровня (C_{16}) в пределах от 0,5 ммоль/100 г до 1,5 ммоль/100 г на 100 г жира.

Точность процедуры титрования можно проверить по Формуле (1) из уравнения регрессии:

$$b(C_{16}) = \alpha + \beta\Delta b \quad (1)$$

где $b(C_{16})$ - количество пальмитиновой кислоты, выраженное в ммоль на 100 г жира, добавленной к основному жиру;

Δb - значение BDI обогащенных образцов, сокращенных на величину BDI основного жира (заготовка).

Подготовка и руководства по использования этих образцов первичного жира описаны в приложении С.

4 Приборы

Следующее лабораторное оборудование.

4.1 Подающие пипетки или **шприцы,** объемом 10 см^3, 25 см^3 и 50 см^3.

4.2 Тубы для отделения жира, состоящие из ванны для сбора и охлаждения молока, оснащенной узкими штоками для сбора малых количеств жира, извлекаемого из смеси реагентов. Диаметр штока должен быть достаточно большим, чтобы можно было взять образец жира калиброванным шприцом (см. 4.5). Модели туб для отделения жира приведены в приложении А. Жиромеры нужно использовать (бутирометры) в соответствии с [3].

ПРИМЕЧАНИЕ Отделение жира повышается за счет центрифугирования, особенно в тубах с узкими штоками.

4.3 Водяная баня, способная поддерживать температуру в пределах 45 °С ұ 1 °С.

4.4 Кипящая водяная баня, способная поддерживать температуру больше или равной 95 °С.

4.5 Калиброванные шприцы, регулируются и способны подавать конкретное количество молочного жира объемом около 0,25 г при 45 °С с точностью до 2 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ По опыту известно, что точно и удобно можно переместить определенное количество жира с помощью объемной пипетки.

4.6 Сосуд для титрования, вместимостью от 10 см^3 до 100 см^3 в зависимости от объемов испытательных образцов, подлежащих титрования за один прогон титрования, снабженный мешалкой.

4.7 Микробюретка, с делениями шкалы минимум 0,002 $см^3$.

4.8 Баллон с азотом, не содержащий углекислого газа.

4.9 Газовая промывалка, содержащая петролейный эфир с температурой кипения от 60 °С до 80 °С, соединенная с баллоном с азотом (см. 4.8) и сосудом для титрования (4.6).

4.10 Колориметр, с погружным зондом, пригодным для измерения при длине волны между 600 нм и 620 нм, подключаемый к сосуду для титрования (4.6).

4.11 Мерные колбы с одной меткой, объемом от 100 $см^3$ до 500 $см^3$, [2], класс А.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Сосуд для титрования (см. 4.6), микробюретка (4.7) для подачи неводного титрирующего раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония (см. 3.6), баллон с азотом (см. 4.8), проходящий через газовую промывалку (см. 4.9) и погружной зонд, подключенный к колориметру (см. 4.10), собраны в типовое устройство (см. приложение В) для последовательного титрования нескольких образцов в одном и том же объеме растворителя жира.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Чтобы упростить устройство для ручного титрования и для визуального определения критической точки титрования, его можно установить без колориметра с погружным зондом.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящей технической спецификации. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [1].

Лаборатории предоставляется репрезентативный образец без повреждений, не подвергавшийся другим изменениям во время транспортировки или хранения.

6 Подготовка испытательных образцов

6.1 Хранение и консервация

Испытательные образцы молока или сливок хранятся и транспортируются при температуре от 0 °С до 4 °С (сухое молоко можно хранить при температуре окружающей среды), их анализ необходимо провести в течение 36 часов.

При длительном хранении или хранение в холодильнике при температуре минус 5 °С рекомендуется, чтобы испытательные образцы консервировались с помощью перекиси водорода с конечной концентрацией 0,2 $г/дм^3$ H_2O_2. В данном случае образцы можно хранить в течение 4 дней.

6.2 Предварительная обработка испытательного образца

6.2.1 Образец молока

Несколько раз перемешать испытательные образцы путем инвертирования без повышения их температуры.

6.2.2 Образец сливок

Развести образец сливок с использованием соответствующего обезжиренного молока или воды для получения массовой доли жира от 4 % до 6 %.

Использование воды для разбавления сливок приводит к недооценке уровня свободных жирных кислот (СЖК) по сравнению с первичным молоком.

6.2.3 Образец сухого молока

Растворить 13 г. сухого молока в мерной колбе емкостью 100 $см^3$ (4.11). Добавить 60 мл воды и перемешивать с помощью миксера при комнатной температуре в течение 70 мин. Разбавить до метки 100 $см^3$ водой и перемешать.

7 Процедура

7.1 Отделение жира

Смешать 3,5 части (ұ3%) испытательного образца (молока, сливок разбавленного или восстановленного сухого молока) (см. 6.2) с 1 частью (ұ1,5%) BDI реагента (см. 3.2) в тубе для отделения жира с использованием следующих количеств:

а) при использовании тубы MONED (см. 4.2) смешать 31 $см^3$ ұ 1 $см^3$ испытательного образца (см. 6.2) и 8,9 $см^3$ + 0,1 $см^3$ BDI реагента (см. 3.2);

б) при использовании жиромера Ван Гулика (4.2) смешать 16,0 $см^3$ + 0,5 $см^3$ испытательного образца (см. 6.2) и 4,5 $см^3$ + 0,1 $см^3$ BDI реагента (см. 3.2);

в) при использовании других туб смешать объемные доли испытательного образца (см. 6.2) и BDI реагента в соотношении 3,5 + 1 с использованием таких объемов, при которых в штоке тубы для отделения жира имеется колонка жира (см. 4.2).

Сразу после заполнения закрыть тубу для отделения жира и смешать ее содержимое.

Испытательный образец, взятый из сырого молока осторожно, несколько раз, перемешать путем инвертирования тубы. Испытательные образцы, взятые из обработанного молока или восстановленного сухого молока, встряхнуть более интенсивно, чтобы получить тщательное отделение жира.

В течение 5 мин, поместить тубу в кипящую водяную баню (см. 4.4), удерживая ее при температуре большей или равной 95 °С в течение 15 мин. Для достижения лучшего отделения жира может возникнуть необходимость центрифугирования туб с узкими штоками и других молочных образцов, кроме сырого молока.

Если жир отделяется плохо, поместить тубы в холодильник для затвердевания жира. После повторного нагрева в кипящей водяной бане отделение жира усилится. В любом случае жир должен быть прозрачным и не содержать каких-либо частиц.

После извлечения жира поместить тубу в водяную баню (см. 4.3) при 45 °С. Убедиться, что уровень воды сохраняется выше верхнего уровня содержимого тубы.

7.2 Титрование

Выполнить титрование в приготовленном для титрования сосуде (см. 4.6) в атмосфере, не содержащей углекислого газа. Подсоединить сосуд для титрования к баллону с азотом (см. 4.8), связанному с газовой промывалкой (см. 4.9). Регулярно заполнять газовую промывалку, чтобы компенсировать испарение петролейного эфира.

Поместить соответствующий объем растворителя жира (см. 3.4) и 0,25 г экспериментального жира (см. 3.7.1) в сосуд для титрования (см. 4.6), из которого предварительно выдуть углекислый газ с помощью азота (см. 4.8).

Проконтролировать установку длины волны колориметра. Отрегулировать шкалу колориметра при передаче 0 % (темный) и 100 % (растворитель жира с образцом жира).

Отрегулировать критическую точку титрования на 70 % по шкале передачи. Нейтрализовать растворитель жира с помощью раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония (см. 3.6).

При помощи калиброванного шприца (см. 4.5) добавить известное количество, около 0,25 г, экспериментального жира и начать титрование. Для соответствия требованиям повторяемости (см. 9.2) процедуру необходимо повторить пять раз.

Если результаты, полученные для экспериментального жира, находятся вне диапазона пределов повторяемости, проверить устройство титрования (приложение В) и саму процедуру титрования.

С помощью калиброванного шприца (см. 4.5) переместить пробу (около 0,25 г подготовленного образца жира (см. 7.1)) в сосуд для титрования и начать титрование.

Заменить растворитель жира свежим растворителем по окончании трех процедур титрования на 2 $см^3$ растворителя жира (например, 60 процедур титрования в объеме 40 $см^3$ растворителя жира).

При титровании только небольшого количества образцов, критическая точка титрования может быть оценена путем визуального наблюдения за изменением цвета (от желтого до слабого зеленоватого.

8 Расчет и выражение результатов

8.1 Расчет

Рассчитать кислотность жира испытательного образца, b_{H^+}, выраженную в ммоль на 100 г жира, с помощью Формулы (2):

$$b_{H^+} = \frac{V_c}{m} \times 100 \qquad (2)$$

где V - объем, в $см^3$, выраженный с точностью до трех десятичных знаков, раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония (3.6), используемого в процедуре титрования;

c - точная концентрация, в молях на $дм^3$, выраженная с точностью до четырех десятичных знаков, раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония (см. 3.6);

m - масса, в граммах, выраженная с точностью до трех десятичных знаков, жира, перемещенного калиброванным шприцом в сосуд для титрования.

8.2 Выражение результатов

Выразить результаты испытания с точностью до двух десятичных знаков.

9 Точность

9.1 Межлабораторное испытание

Значения повторяемости, полученные из данного межлабораторного испытания, были определены в соответствии с [4] и [5]. В испытании участвовали только три лаборатории.

Полученные значения следует рассматривать только как ориентировочные. Подробная информация о межлабораторном испытании на точность метода приведена в Приложении Г.

9.2 Повторяемость

Абсолютное различие между двумя отдельными результатами однократного испытания, полученными с помощью одного и того же метода на идентичном испытательном материале в той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, составит ориентировочно не более 5 % случаев, т.е. не более 0,072 ммоль/100 г.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод отбора проб, если метод известен;

c) используемый метод испытания, и ссылка на настоящий стандарт;

d) рабочие детали, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как дополнительные, вместе с любыми другими рабочими деталями, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;

e) полученный результат(ы) испытания;

f) если повторяемость проверена, окончательные результаты.

Приложение А
(информационное)

Модели туб для отделения жира

Размеры в миллиметрах

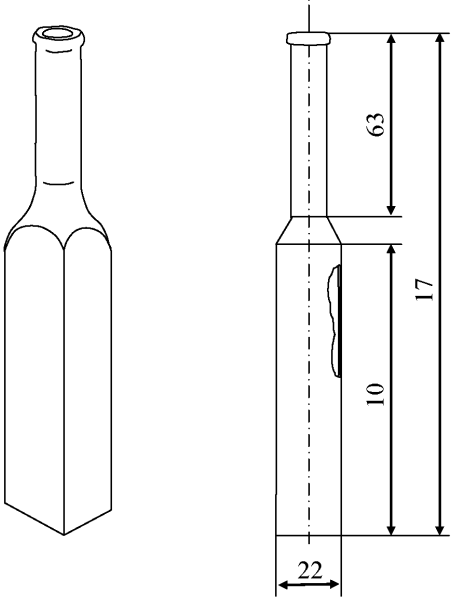
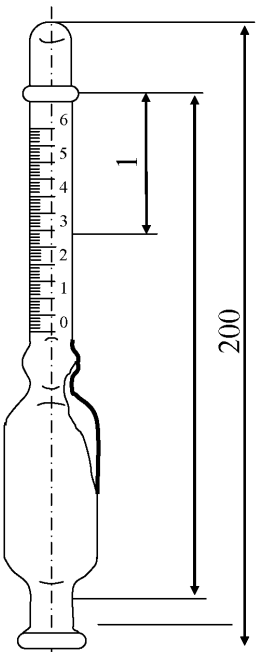


Рисунок А.1 — Туба MONED

Размеры в миллиметрах

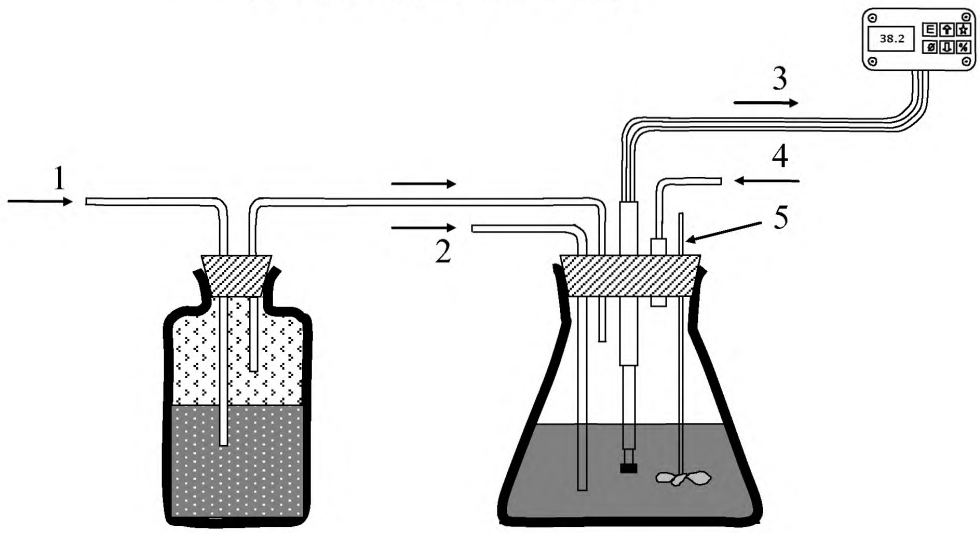


Условные обозначения
1 извлеченный жир

Рисунок А.2 — Общая модель тубы для извлечения жира

Приложение В
(информационное)

Типовое устройство для последовательного титрования нескольких образцов в одном объеме растворителя жира



Условные обозначения

1 баллон с азотом, проходящий через газовую промывалку, содержащий петролейный эфир

2 отверстие для подачи основного неводного титрирующего раствора гидроксида тетра-н-бутиламмония

3 оптический зонд, подсоединенный к колориметру

4 отверстие для ввода растворителя жира и образцов жира

5 перемешивающее устройство

Рисунок Б.1 — Типовое устройство титрования для последовательного титрования

Приложение С
(информационное)

Руководство по подготовке и вводу в работу образцов первичного жира для завершения процедуры титрования

В.1 Подготовка образцов первичного жира

В.1.1 Основной молочный жир

Получить достаточное количество молочного жира с низкой кислотностью жира. Расплавить при 38 °С.

В.1.2 Подготовка первичных жиров, обогащенных пальмитиновой кислотой (C_{16})

В.1.2.1 Первичный жир А, обогащенный 1,25 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира.

Взвесить с точностью до 0,1 мг, 0,962 г + 0,001 г пальмитиновой кислоты. Растворить пальмитиновую кислоту примерно в 300 г основного молочного жира (В.1.1) и перемешать.

Взвесить с точностью до 0,01 г общую массу приготовленного таким образом первичного жира А.

100 % чистой пальмитиновой кислоты не бывает. Поэтому необходимо учитывать чистоту при взвешивании пальмитиновой кислоты. Например, при вводе пальмитиновой кислоты, содержащей "минимум 98 %", масса пальмитиновой кислоты, подлежащей взвешиванию, должна составлять приблизительно 0,962/0,98 = 0,982 г вместо 0,962 г.

Рассчитать уровень, $b(C_{16})_{1,25}$, пальмитиновой кислоты в первичном жире, в ммоль на 100 г, при помощи Формулы (В.1):

$$b(C_{16})_{1.25} = \frac{wm_1 \times 10^5}{m_2 M}, \qquad \text{(В.1)}$$

где w – численное значение чистоты, как массовая доля, пальмитиновой кислоты (w обычно находится в пределах между 0,98 и 1,00);

m_1 – масса, в граммах, пальмитиновой кислоты для подготовки первичного жира А;

m_2 – масса, в граммах, общего объема приготовленного первичного жира А;

M – молекулярная масса, в граммах, пальмитиновой кислоты (M = 256,43 г/моль).

В.1.2.2 Первичный жир В, обогащенный 1,00 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира.

Взвесить с точностью до 0,01 г, 80 г + 0,01 г первичного жира А (В.1.2.1). Растворить первичный жир в 20 г + 0,01 г основного молочного жира (В.1.1) и перемешать.

Взвесить с точностью до 0,01 г массу приготовленного таким образом первичного жира В.

Рассчитать уровень, $b(C_{16})_{1,00}$, пальмитиновой кислоты в первичном молочном жире В, выраженный в ммоль на 100 г, при помощи Формулы (В.2):

$$b(C_{16})_{1,00} = b(C_{16})_{1.25} \frac{m_3}{m_4}, \qquad \text{(В.2)}$$

где m_3 – масса, в граммах, первичного жира А, растворенного в основном молочном жире;

m_4 – масса, в граммах, общего количества приготовленного первичного жира В.

В.1.2.3 Первичный жир С, обогащенный 0,75 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира.

Взвесить с точностью до 0,01 г, 60 г ± 0,01 г первичного жира А (В.1.2.1). Растворить первичный жир А примерно в 40 г ± 0,01 г основного молочного жира (В.1.1) и перемешать.

Взвесить с точностью до 0,01 г массу приготовленного таким образом первичного жира С.

Рассчитать уровень, $b(C_{16})_{0,75}$, пальмитиновой кислоты в первичном молочном жире С, выраженный в ммоль на 100 г, при помощи Формулы (В.3):

$$b(C_{16})_{0,75} = b(C_{16})_{1,25}\frac{m_5}{m_6}, \qquad (B.3)$$

где m_5 – масса, в граммах, первичного жира А, растворенного в основном молочном жире;

m_6 – масса, в граммах, общего количества приготовленного первичного жира С.

В.1.2.4 Первичный жир D, обогащенный 0,50 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира.

Взвесить с точностью до 0,01г, 40 г ± 0,01 г первичного жира А. Растворить первичный жир А в 60 г ± 0,01 г основного молочного жира (В.1.1) и перемешать.

Взвесить с точностью до 0,01 г массу приготовленного таким образом первичного жира D.

Рассчитать уровень, $b(C_{16})_{0,50}$, пальмитиновой кислоты в первичном молочном жире D, выраженный в ммоль на 100 г, при помощи Формулы (В.4):

$$b(C_{16})_{0,50} = b(C_{16})_{1,25}\frac{m_7}{m_8}, \qquad (B.4)$$

где m_7 – масса, в граммах, первичного жира А, растворенного в основном молочном жире;

m_8 – масса, в граммах, общего количества приготовленного первичного жира D.

В.2 Ввод в работу образцов первичного жира

В.2.1 Определение кислотности первичного жира

В соответствии с процедурой (7.2) определить кислотность основного молочного жира (В.1.1) (заготовка), b_0, и значения кислотности жира, $b_{1,25}$, $b_{1,00}$, $b_{0,75}$ и $b_{0,50}$, четырех образцов первичного жира.

В.2.2 Расчеты и оценка результатов

Таблица В.1 — Расчеты

Идентификация образца	Уровень пальмитиновой кислоты в образце первичного жира $b(C_{16})_{i,\ ref}$	Значение BDI, определенное в соответствии с 7.2	Δb_N $(b_i - b_0)$	Соотношение $\Delta b_N / b(C_{16})_{i,\ ref}$
Основной жир (заготовка)		b_0		
Первичный жир A	$b(C_{16})_{1,25}$	$b_{1,25}$	Δb_A	$[\Delta b_A/b(C_{16})_{1,25}]_A$
Первичный жир B	$b(C_{16})_{1,00}$	$b_{1,00}$	Δb_B	$[\Delta b_B/b(C_{16})_{1,00}]_B$
Первичный жир C	$b(C_{16})_{0,75}$	$b_{0,75}$	Δb_C	$[\Delta b_C/b(C_{16})_{0,75}]_C$
Первичный жир D	$b(C_{16})_{0,50}$	$b_{0,50}$	Δb_D	$[\Delta b_D/b(C_{16})_{0,50}]_D$

Суммировать количества, указанные в таблице В.1:

а) колонка 2 перечисляет уровни пальмитиновой кислоты в первичных жирах A, B, C и D;

б) колонка 3 перечисляет значения BDI первичных жиров A, B, C и D, определенных в соответствии с процедурой титрования (7.2);

в) колонка 4 перечисляет значения Δb_A, Δb_B, Δb_C, и Δb_D, рассчитанных путем вычитания значения BDI основного жира, b_0, из значений BDI первичных жиров A, B, C и D.

Для каждого из образцов первичного жира рассчитать соотношения: $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$, где N является A, B, C и D, а i является 1,25, 1,00, 0,75 и 0,50 соответственно.

Рассчитать также остаточное стандартное отклонение, $s_b(C_{16})_{p,b}$, уравнения регрессии (В.5):

$$b(C_{16})_p = \alpha + \beta b, \qquad \text{(В.5)}$$

где $b(C_{16})_p$ - представляет расчетный уровень пальмитиновой кислоты в образцах первичного жира (В.1.1);

b - представляет значение BDI образцов первичного жира (В.1.2).

Если одно или более из соотношений $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$ находятся вне диапазона 1,00 $\pm$ 0,05 (т.е. если результаты отклоняются более чем на 5% от расчетных значений) или если остаточное стандартное отклонение $s_b(C_{16})_{p,b}$ > 0,02 ммоль/100 г жира, необходимо проверить раствор для титрования (4.6), устройство для титрования (приложение Б) и саму процедуру титрования (7.2).

После необходимых проверок, если хорошая повторяемость результатов титрования на экспериментальном жире (4.7.1) и образцах первичного жира (4.7.2) подтвердились, но отклонения по-прежнему находятся вне диапазона 1,00 $\pm$ 0,05, значит имеется систематическое, но воспроизводимое отклонение результатов титрования. Эта проблема, в первую очередь, должна быть решена, чтобы получить достоверные результаты.

ПРИМЕЧАНИЕ Эта систематическая погрешность происходит, скорее всего, из-за ошибки в оценке объемов, фактически перемещенных калиброванным шприцом (4.5) или микробюреткой (4.7).

Приложение D
(информационное)

Межлабораторный эксперимент

Межлабораторное совместное двойное контрольное испытание с участием трех лабораторий проводилось на шести испытательных образцах. В испытание были включены:

а) два испытательных образца жидкого молока (S1 и S2);

б) два испытательных образца сухого молока (S3 и S4);

в) два испытательных образца сливок (S5 и S6).

Образцы были подготовлены и распространены Центром экспертизы и анализа молочной промышленности Cecalait, Полиньи (Франция), который также выполнил статистический анализ, показанный в таблице Г.1.

Таблица Г.1 — Результаты эксперимента

Параметр	Образец						Среднее значение
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	
Количество участвующих лабораторий	3	3	3	3	3	3	
Среднее значение, моль/100 г жира	1,273	0,674	0,593	0,484	0,331	0,257	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, ммоль/100г жира	0,031	0,018	0,043	0,019	0,021	0,010	0,026
Предел повторяемости, $r(=2,8s_r)$, ммоль/100 г жира	0,086	0,051	0,118	0,052	0,058	0,028	0,072
Стандартное отклонение, c, ммоль/100 г жира	0,064	0,037	0,062	0,004	0,011	0,036	

Библиография

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

[2] ISO 1042-1998, Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная — Мерные колбы с одной меткой)

[3] ISO 3432|IDF 221:2008, Cheese - Determination of fat content - Butyrometer for Van Gulik method (Сыр — Определение содержание жира — Бутирометр для метода Ван Гулика)

[4] ISO 5725-1:2002, 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)

[5] ISO 5725-2:2002, 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)

[6] CARTIER, P., CHILLIARD, Y., CHAZAL, M.P. Dosage de l'activitй lipasique et des acides gras libres du lait par titration automatique colorimйtrique [Determination of milk lipase activity and milk free fatty acid content using colorimetric automatic titration]. Lait 1984, 64, pp. 340–355 (Картиер П., Чиллиард И., Чазал М.П. Dosage de l'activite lipasique et des acides gras libres du lait par titration automatique colorimetrique [Определение активности молочной липазы и содержания свободной жирной кислоты в молоке при помощи колориметрического автоматического титрования]. Lait 1984, 64, стр. 340-355)

[7] DRIESSEN, F.M., JELLEMA, A., VAN LUIN, F.J.P., STADHOUDERS, J., WOLBERS, G.J.M. The estimation of the fat acidity in raw milk. An adaptation of the BDI method, suitable for routine assays. Neth. Milk Dairy J. 1977, 31, pp. 40–55 (Дриссен Ф.М., Джеллема А., Ван Луин Ф.Дж.Р., Штадхаудерс Дж., Уолберс Г.Дж.М. Определение кислотности жира в сыром молоке. Адаптация метода BDI, применимого для проведения текущих анализов. Neth. Milk Dairy J. 1977, 31, стр. 40-55)

[8] EVERS, J.M., LUCKMAN, S., PALFREYMAN, K.R. The BDI method — Part 1: Determination of free fatty acids in cream and whole milk powder. Austral. J. Dairy Technol. 2000, 55, pp. 33–36 (Эверс Дж.М., Лукман С., Палфрейман К.Р. Метод BDI — Часть 1: Определение свободных жирных кислот в сливках и в цельном сухом молоке. Austral. J. Dairy Technol. 2000, 55, стр. 33-36)

[9] EVERS, J.M. Determination of free fatty acids in milk using the BDI method — Some practical and theoretical aspects. Int. Dairy J. 2003, 13, pp. 111–121 (Эверс Дж.М. Определение свободных жирных кислот в молоке при помощи метода BDI — Некоторые практические и теоретические аспекты. Int. Dairy J. 2003, 13, стр. 111-121)

[10] JELLEMA, A. Automatische titratie met behulp van een colorimeter bij the bepaling van de zuurtegraad van het vet. Verslag van een oriлnterend onderzoek [Automatic titration with the aid of a colorimeter in the determination of the degree of fat acidity. Report of an exploratory study]. MOC in Wageningen, in cooperation with Instrument Trading "South Holland" v/h A. Hцfelt BV in The Hague, 1979-11 (Джеллема А. Automatische titratie met behulp van een colorimeter bij the bepaling van de zuurtegraad van het vet. Verslag van een orienterend onderzoek [Автоматическое титрование с помощью колориметра при определении степени кислотности жира. Отчет поискового исследования]. МОС в Вагенингене, в сотрудничестве с Торговым актом "Южная Голландия" v/h А. Хёфельт BV в Гааге, 1979-11)

[11] JELLEMA, A., OGER, R., VAN REUSEL, A. Milk fat products and butter — Determination of fat acidity. Collaborative study by Joint IDF/ISO/AOAC Group E39. Bull. *IDF* 1988, (235), pp. 81–91 (Джеллема А., Огер Р., Ван Реузел А. Молочные продукты и масло — Определение кислотности жира. Совместное исследование группы IDF/ISO/AOAC, E39. Bull. IDF 1988, (235), стр. 81-91)

[12] KUZDZAL-SAVOIE, S. Determination of free fatty acids in milk and milk produts. Bull. IDF 1980, (118), pp. 53–66 (Куздзал-Савойи С. Определение свободных жирных кислот в молоке и молочных продуктах. Bull. *IDF* 1980, (118), стр. 53-66)

[13] PERRIN, D.R., PERRIN, D.D. The determination of free fatty acids in milk. J. Dairy Res. 1958, 25, pp. 221–227 (Перрин Д.Р., Перрин Д.Д. Определение свободных жирных кислот в молоке. J. Dairy Res. 1958, 25, стр. 221-227)

[14] Standard methods for the examination of dairy products, 17th edition. New York, NY: American Public Health Association, 2004 (Стандартные методы проверки молочных продуктов, 17-е издание. Нью-Йорк, NY: Американская ассоциация общественного здравоохранения, 2004)

[15] VAN REUSEL, A. Contribution a l'йtude de la dйtermination des acides gras libres dans le lait et les produits laitiers. [Contribution to the study of the determination of free fatty acids in milk and dairy products]. Gembloux: Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, 1989. (Мйmoire n° 12.) (Ван Реузел А. Contribution a l'etude de la determination des acides gras libres dans le lait et les produits laitiers. [Вклад в изучение определения свободных жирных кислот в молоке и молочных продуктах]. Gembloux: Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, 1989. (Memoire n° 12))

УДК 637.1/.3:637.043.064:006.354 **МКС 67.100.10**

Ключевые слова: молочный жир, титруемая кислотность, молочные продукты, кисломолочные продукты, процедура титрования, отделение жира, растворитель жира

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