ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ БАЛАЛАР ТАМАҒЫ ӨНІМДЕРІ
Майдың құрамын анықтау
Гравиметрикалық әдіс (бақылау әдісі)

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира
Гравиметрический метод (контрольный метод)

ҚР СТ ИСО 8381-2009

ISO 8381:2008 Milk-based infant foods – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method), (IDT)

Ресми басылым

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ БАЛАЛАР ТАМАҒЫ ӨНІМДЕРІ

Майдың құрамын анықтау
Гравиметрикалық әдіс (бақылау әдісі)

ҚР СТ ИСО 8381-2009

ISO 8381:2008 Milk-based infant foods – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method), (IDT)

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Технолог» № 44 стандарттау бойынша техникалық комитеті («Эксперт-Консалтинг» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2009 жылғы 17 тамыздағы № 418-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбеу әріптермен белгіленген қосымша талаптармен бірге ISO 8381:2008 Milk-based infant foods – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method) (Сүт негізіндегі балалар тағамы өнімдері. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс. (Бақылау әдісі)) халықаралық стандартына сәйкес

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының, «Сүт және сүт өнімдері қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінің нормалары іске асырылды

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2014 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа өзгертулер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгертулер мәтіні «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық сілтемелерінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған (жойған) немесе ауыстырған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады

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

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Терминдер мен анықтамалар	3
4	Әдістің маңыздылығы	3
5	Реактивтер	3
6	Аппаратура	4
7	Үлгілерді іріктеу	5
8	Сынақ үлгілерін дайындау	5
9	Бақылауды өткізу тәртібі	6
10	Нәтижелерді өңдеу	11
11	Дәлдігі	11
12	Сынақ нәтижелерін өңдеу	12
	А қосымшасы (ақпараттық) Процедуралар бойынша ескертпелер	13
	Б қосымшасы (ақпараттық) Сифон және фитингілі шаю бөтелкелермен майды шайғындау үшін сынауық қолданылған балама процедура	15

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ БАЛАЛАР ТАҒАМЫ ӨНІМДЕРІ

Майдың құрамын анықтау
Гравиметрикалық әдіс (бақылау әдісі)

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт сүт негізіндегі балалар тағамы өнімдеріндегі майдың құрамын анықтаудың гравиметрикалық (бақылау) әдісін белгілейді.

Әдіс құрғақ заттың салмақтық үлесі 5 % (крахмал, декстрин, көкөніс және ет) артық емес, сұйық, концентрацияланған және құрғақ балалар тағамы өнімдеріне қолданылады.

ЕСКЕРТПЕ Балалар тағамында үнемі болатын молекулярлық салмағы жоғары, декстринісіз мальтодекстриндер жоғары концентрация болған кезде де Роуз-Готлиб шайғындауын бұзбайды.

Осы әдіс салмақтық үлесі бірнеше пайыздан артық кезінде немесе қатты тіліктер болған кезде крахмал немесе декстриннің болуынан аммиакта толығымен ерімейтін өнімге қолданылмайды. Әдіс сондай-ақ айтарлықтай мөлшердегі май қышқылы еркін болатын өнімдерге де қолданылмайды. Осы өнімдерден алынған нәтижелер өте төмен.

ЕСКЕРТПЕ 1 Осындай өнімдер үшін *ҚР СТ ИСО 8262-1* бойынша Вейбул Бернтроп принципін пайдаланатын әдіс қолданылады.

ЕСКЕРТПЕ 2 Осы стандартты қолдану кезінде қауіпті материалдар, операциялар және жабдық пайдаланылады. Осы стандарт оны қолдануға байланысты барлық қауіпсіздік проблемаларын қамтитын мақсат қойған жоқ. Денсаулық пен қауіпсіздікті қамтамасыз етуге және қолдануға басталғанға дейін регулятивтік шектеуді қолданылуын анықтауына жауаптылық осы стандартты пайдаланушыға жүктеледі.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар керек:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының Техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында шет мемлекеттердің халықаралық, өңірлік және ұлттық стандарттарын, басқа да стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ҚР СТ ИСО 8262-1-2009 Сүт өнімдері және сүт негізіндегі тамақ өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроп (бақылау әдісі) гравиметрикалық әдісімен анықтау. 1-бөлім. Балалар тағамы өнімдері.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшегіш шыны ыдыс. Цилиндр, өлшектер, құтылар, тамшуырлар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 1-бөлім. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 2-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің қайталанғыштығы мен өндірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 3-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісі прецизиялығының аралық көрсеткіштері

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 4-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 5-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің прецизиялығын анықтаудың балама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 6-бөлім. Практикада дәлдік мәнін пайдалану.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 26809-86 Сүт және сүт өнімдері. Қабылдау ережесі, іріктеу әдістері және талдауға сынамаларды дайындау.

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдысы. Градуирленген тамшуырлар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ИСО 3889 Сүт және сүт өнімдері. Майды шайғындауға арналған Можонье типті құтыға арналған техникалық шарттар.*

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтемелік құжат ауыстырылса (өзгертілсе), онда осы стандартты пайдаланған кезде, ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алған дұрыс. Егер сілтемелік құжат ауыстырылмай жойылса, онда сілтеме берілетін ереже осы сілтемеге қатыссыз бөлімде қолданылады.

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады*

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта тиісті анықтамамен бірге мынадай термин қолданылады:

3.1 **Сүттегі майдың құрамы:** Осы стандартта көрсетілген процедура бойынша анықталған заттардың салмақтық үлесі.

ЕСКЕРТПЕ Майдың құрамы салмақтық пайызда өрнектеледі.

4 Әдістің маңыздылығы

Жұмысшы бөлік аммиагының спирттік шайғындау ерітіндісі диэтил эфирі мен петролейн (қайнауы төмен эфирмен) шайғындалады. Ерітінді дистилляция немесе булану кезінде алынып тасталады. Шайғындалатын заттың салмағы анықталады.

5 Реактивтер

5.1 Аналитикалық дәрежесімен ғана танылған реактивтер ғана, егер өзгелер негізделмеген болса, тазартылған су немесе минералсыздандырылған су немесе тазалығы балама су *ГОСТ 6709* бойынша қолданылады.

Реактивтер 9.2.2 белгіленген әдіспен анықтау кезінде көрінетін тұнбалар қалмауға тиіс.

5.2 Шамамен 25 % (p_{20} = 910 г/дм^3) болатын NH_3 салмақтық үлесі болатын аммиак ерітіндісі.

ЕСКЕРТПЕ Егер осындай концентрацияның аммиак ерітіндісі қол жетімсіз болса, онда белгілі концентрацияның концентрацияланған ерітіндісін пайдалануға болады (9.4.2 қараңыз).

5.3 Этанолдың көлемді үлесі кемінде 94 % (А.5 қараңыз) болатын этанол (C_2H_5OH) немесе метанолмен денатуратталған этанол.

5.4 Қызыл конго ерітінді (конгорот). 1 г қызыл конго ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) ерітіндісін бір белгісі бар сыйымдылығы 100 см^3 (6.14 қараңыз) өлшегіш құтыдағы суға ерітеді. Сумен белгіге дейін апару керек.

ЕСКЕРТПЕ Ерітінді мен су қабаты арасындағы өзара әрекетті анық көруге мүмкіндік беретін осы ерітіндіні таңдап қолдануға болады (9.4.4 қараңыз). Басқа да су индикаторлық ерітінділер анықтау нәтижесіне әсер етпейтін жағдайда қолданылуы мүмкін.

5.5 2 мг/кг артық емес антиоксиданты болатын және бақылау сынағы талаптарына сәйкес келетін (9.2.2, А.1 және А.4 қараңыз) пероксидсіз (А.3 қараңыз) диэтил эфирі ($C_2H_5OC_2H_5$).

ЕСКЕРТПЕ Диэтил эфирін қолдану қауіпті жағдайға әкелуі мүмкін. Өндеу, пайдалану және жоюға арналған тиісті қауіпсіздік шараларын сақтайды.

5.6 Қайнау ауқымы 30 °С бастап 60 °С дейін болатын петролейн (қайнауы төмен) эфир немесе эквивалент ретінде қайнау температурасы 36 °С болатын және бақылау сынағының талаптарына сәйкес келетін пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) (9.2.2, А.1 және А.4 қараңыз). Пентанды ерекше таза және тиісті сапалы болғандықтан қолдану ұсынылады.

5.7 Араласқан еріткішті қолданар алдында диэтил эфир (5.5 қараңыз) және петролейн эфирі (5.6 қараңыз) тең бөлігін араластырады.

6 Аппаратура

ЕСКЕРТПЕ Осы әдіс электрлік жабдықта қолданылатын ұшпалы тұтанатын еріткіштерді қолдануды қосатындықтан осындай еріткіштерді қолдану қауіптілігіне қатысты заңнамалық актілерге сәйкес келуге тиіс.

6.1 0,1 мг дейін есептеу ықтималдығы бар, 1 мг дейін дәлдікпен өлшеу қабілеті болатын аналитикалық таразылар *ГОСТ 24104* бойынша.

6.2 Майды шайғындауға арналған құтыны ұстап тұруға қабілетті центрифуга (6.6 қараңыз) және құты немесе сынауықтың сыртқы шетінен 80 бастап 90 м/с² дейінгі радиалды үдеу кезінде 500 $мин^{-1}$ жылдамдықпен айналуға қабілетті сынауық.

Центрифуганы қолдану міндетті емес, бірақ ұсынылады (9.4.7 қараңыз).

6.3 100 °С артық емес температурада конус тәрізді құтыдан еріткішті және этанолды дистилляция немесе буландыруға немесе өлшек немесе ыдыстан буландыруға арналған аппарат.

6.4 Жұмысшы кеңістікте (102 ± 2) °С температураны ұстап тұруға қабілетті, толық ашылатын желдеткіш люгі болатын электрлік кептіргіш пеш.

6.5 30 ^{0}С бастап 40 ^{0}С дейін, 40 ^{0}С бастап 60 ^{0}С дейін және 60 °С бастап 70 °С дейінгі температураны ұстайтын су моншасы.

6.6 Майды шайғындауға арналған Можонье типті құтылар ИСО 3889 бойынша.

ЕСКЕРТПЕ Сондай-ақ майды шайғындауға арналған сифон немесе шаю фитингілері болатын түтікше қолданылуы мүмкін, бірақ процедура ерекшеленеді. Баламалы процедура Б қосымшасында келтірілген.

Майды шайғындауға арналған құтылар қолданылатын реактив әсеріне түспейтін сапасы жоғары тығын немесе қақпақтармен (силикон резеңкеден немесе политетрафлуороэтиленнен жасалған) жабдықталуға тиіс. Тығындар 15 мин бойы кемінде 60 °С температурадағы суда болатын диэтил эфирімен (5.5 қараңыз) шайғындалуға, содан кейін суда салқындатылуға тиіс.

6.7 Майды шайғындауға арналған құтыларға (немесе сынауықтарға) арналған тірек (штатив) (6.6 қараңыз).

6.8 Араласқан еріткішті қолдануға жарамды шаю бөтелкесі (5.7 қараңыз). Пластикалық шаю бөтелкесі қолданылмайды.

6.9 Сыйымдылығы 125 - 250 см³ дейінгі қайнатуға арналған құты (табаны жалпақ), сыйымдылығы 250 см³ конус тәрізді құтылар немесе металл ыдыстар сияқты майды жинауға арналған ыдыстар.

Егер металл ыдыс пайдаланылса, ол диаметрі 80 - 100 мм дейін және биіктігі 50 мм, түбі жалпақ тот баспайтын болаттан жасалуға тиіс.

6.10 Тесігі жоқ фарфор немесе кремний карбидінен жасалған (металл ыдысты пайдалану кезінде міндетті емес) майсыз, қайнатуға арналған қосалқы құралдар.

6.11 *ГОСТ 1770* талаптарына сәйкес сыйымдылығы 5 және 25 см³, өлшегіш цилиндр немесе қарастырылатын өнімге арналған басқа да аппарат.

6.12 *ГОСТ 29227* талаптарына сәйкес келетін сыйымдылығы 10 см³ градуирленген тамшуырлар.

6.13 Құты, сынауық немесе ыдыстарды ұстап тұруға арналған металл қысқыштар.

6.14 ГОСТ 1770 талаптарына сәйкес келетін сыйымдылығы 100 см³ бір белгісі бар өлшегіш құты.

6.15 Бөлу бағамы 1 мин болатын сағат.

7 Үлгілерді іріктеу

Үлгілерді іріктеу *ГОСТ 26809* келтірілген. Тығын өкілді, сондай-ақ тасымалдау және сақтау кезінде өнім сапасы зақымдалмаған және өзгермеген болуға тиіс.

Барлық сұйықтарды, тұтқыр немесе ботқа тәрізді зертханалық үлгілерді 2 °С және 6 °С аралығындағы температурада үлгілерді іріктеу уақытынан процедураларды басталғанға дейін сақтайды. Зертханалық үлгілерді процедура басталғанға дейін 20 °С артық емес температурада жабылған банкаларда немесе бөтелкелерде сақтайды.

8 Сынақ үлгілерін дайындау

8.1 Сұйық өнімдері

Үлгісі бар контейнерді сілкіп аударады. Содан кейін қымтау қақпағы болатын екінші контейнерге тез арада құяды. Бірінші контейнердің қабырғалары мен шеттеріне жабысқан басқа да құрамдық бөліктер екінші контейнерге ауыстырылады. Ішіндегісі араластырылады, контейнер жабылады.

Қажет болған жағдайда жабылған үлгі 40 °С - 60 °С температурада су моншасында (6.5 қараңыз) конденсацияланады. Контейнерді әр 15 минут сайын алып сілкіп тұру керек. 2 сағ өткеннен кейін контейнерді алады, бөлме температурасына (20 °С бастап 25 °С дейін) дейін апарады.

Қақпағы немесе қалпағын алады, күрекшемен немесе шпательмен араластыра отырып, ішіндегісін араластырады. Май бөлу кезінде үлгі

сыналмайды. Сынақ үлгісі араластырылады, қымталған қақпақпен жабдықталған екінші контейнерге тығыз салынады. Контейнер жабылады.

8.2 Тұтқыр немесе ботқа тәрізді өнімдер

Үлгісі бар контейнер ашылады және ішіндегісі күрекше немесе шпательмен араластырылады, сондай-ақ жоғарғы және төменгі қабаты араластындай етіп контейнер айналады. Контейнердің қабырғалары мен шетіне жабысқан май және басқа да құрауыштар сынақ үлгімен мұқият араластырылады. Сынақ үлгісі қымталған қақпақпен жабдықталған екінші контейнерге толығымен ауыстырылады. Контейнер жабылады.

Қажет болған жағдайда жабық үлгі 30 °С бастап 40 °С дейін температурада су моншасында конденсацияланады. Контейнер алынады, салфеткамен сүртеді және ашады. Контейнердің ішіне жабысқан барлық сынақ үлгісін қырады. Сынақ үлгісін үлкен ыдысқа салып, біркелкі салмаққа дейін мұқият араластырылады. Сынақ үлгіні қымталған қақпақпен жабдықталған үлгі үшін екінші контейнерге орналастырады. Контейнер жабылады.

8.3 Құрғақ өнімдер

Үлгісі бар контейнерді көп рет айналдырып, аударып, мұқият орналастырады. Қажет болған жағдайда осы операцияны жүргізу үшін сыйымдылығы жеткілікті үлгі үшін қымталған контейнерге сәйкес келетін барлық сынақ үлгісін араластырады.

9 Бақылауды өткізу тәртібі

ЕСКЕРТПЕ 1 Егер жинақтылық шегін орындауды тексеру қажет етілсе (11.2), 9.1 - 9.4 сәйкес екі жеке анықтама орындалады.

ЕСКЕРТПЕ 2 Сифон немесе шаю фитинг бөтелкелермен майды шайғындау үшін сынауықты пайдаланатын таңдау процедурасы (6.6 ескертпені қараңыз) Б қосымшасында келтірілген.

9.1 Үлгінің жұмысшы бөлігі

Сынақ үлгісін (8-бөлімді қараңыз) тұтқыр, ботқа тәрізді немесе құрғақ үлгілер болса араластырумен немесе сұйық өнімдері болса үлгісі бар контейнерді мұқият үш немесе төрт рет айналдыра отырып араластырады.

1500 г - 10000 г дейінгі сынақ үлгісін майды шайғындауға арналған құтыға (6.6 қараңыз) тиісті 1,0 г – 1,5 г құрғақ затты 1 мг дейінгі дәлдікпен араластырады.

Үлгінің жұмысшы бөлігін майды шайғындауға арналған кіші құтыда араластырады.

9.2 Бақылау сынақтары

9.2.1 Әдіске арналған бақылау сынағы

Бақылау сынағы бірдей процедураны және бірдей реактивті қолдана отырып, бірақ 10 см³ суға (А.2 қараңыз) 9.4.1 үлгінің ыдыраған (шашыраған) жұмыс бөлігін ауыстыра отырып, 9.4 келтірілген анықтаумен бірмезгілде жүргізіледі.

Сынақ үлгілері топтамасы үшін бір бақылау үлгісін пайдалану кезінде, олардың арасындағы үлгілер бірдей нақты жағдайларға ие болмауы мүмкін, жеке сынақ үлгілерінің процедура нәтижелерін есептеу кезінде бақылау көрсеткішін алу үшін нақты сәйкестік процедурасын қамтамасыз ету керек.

Егер бақылау сынағында алынған көрсеткіш 1,0 мг артса, реактивтерді тексеру керек (9.2.2 қараңыз). 2,5 мг артық түзетулер сынақ хаттамасында көрсетіледі.

9.2.2 Реактивтерге арналған бақылау сынағы

Реактив сапасын сынау үшін 9.2.1 белгіленген сияқты бақылау сынағын жүргізеді. Қосымша 9.3 белгіленген сияқты дайындалған майды жинауға арналған бос ыдыс қолданылады. Реактивтер 1,0 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс (А.1 қараңыз).

Егер реактив толық бақылау сынағының тұнбасы 1,0 мг артық болса, сәйкесінше 100 см³ диэтил эфирі (5.5 қараңыз) және петролейн эфирін (5.6 қараңыз) жеке тазалаумен ерітінді тұнбасын анықтайды. 1,0 мг аспайтын нақты тұнба салмағын алу үшін алдыңғы тармақтағы сияқты бақылау мақсаттары үшін дайындалған майларды жинау үшін бос ыдыс қолданады.

Еріткіштер майда сақталатын ұшпа заттарда болуы мүмкін. Егер осындай заттардың болуына нұсқау болса, 1 г сусыз сүт майынан майды жинауға арналған ыдысты пайдалана отырып, әрбір еріткіш үшін барлық реактивтерге арналған бақылау сынағы орындалады. Қажет болған жағдайда 100 см³ еріткіште 1 г сусыз сүт майының болуымен еріткішті қайта тазартады. Еріткішті тек қайта тазартқаннан кейін қолданады.

Бақылау сынағынан өтпеген реактивтер және еріткіштер ауыстырылады немесе еріткіштер қайта тазартылады.

9.3 Майды жинауға арналған ыдысты дайындау

Майды жинауға арналған ыдыс (6.9 қараңыз) пеште қайнату үшін қосалқы құралдармен 1 сағ бойы кептіріледі.

ЕСКЕРТПЕ Қайнатуға арналған қосалқы құралдар еріткіштерді жүйелі алып тастау кезінде бәсеңдетіп қайнатуға қабілетті, әсіресе, майды жинауға арналған ыдыс пайдаланылатын болса; егер металл ыдыс пайдаланылса, қосалқы құралдардың қолданылуы міндетті емес.

Майды жинауға арналған ыдыс шаңнан қорғалады және (20 ˚С - 25 ˚С дейін) бөлме температурасына дейін (майды жинауға арналған шыны ыдыс 1 сағ, металл ыдыс кемінде 30 мин) салқындатылады, содан кейін өлшенеді.

Майды жинауға арналған ыдыстарды жеткілікті салқындату немесе қатты салқындатуды болдырмау үшін десикаторда қою керек.

Майды жинауға арналған ыдыс ұстағыш көмегімен таразыға қойылады (6.13 қараңыз), содан кейін 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшенеді.

ЕСКЕРТПЕ Ұстағышты қолдану температураның өзгеруіне әсер етуін болдырмауға қабілетті.

9.4 Анықтама

9.4.1 Анықтаманы кешіктірмей жүргізеді. Майды шайғындауға арналған құтыдағы үлгінің жұмысшы бөлігіне 10 см³ - 11 см³ дейінгі жалпы көлемін алу үшін қажетті болған кезде (65 ± 5) °С температурасы кезінде қыздырылған су қосады. Құты түбінен үлгінің жұмыс бөлігін шаю үшін су қолданылады. 40 °С - 60 °С температура кезінде су моншасында (6.5 қараңыз) жеңіл қыздыра отырып, құтыны мұқият үлгінің жұмыс бөлігі толық майда болғанға дейін шайқайды.

9.4.2 Майды шайғындауға арналған құтыда үлгінің майдаланған жұмысшы бөлігіндегі 2 см³ аммиак ерітіндісін (5.2 қараңыз) немесе аммиактың (5.2 ескертпені қараңыз) айтарлықтай концентрацияланған ерітіндісін эквивалентті көлемін қосады. Майды шайғындауға арналған құтының кіші ыдысындағы жұмысшы бөлігімен мұқият араластырылады.

9.4.3 Майды шайғындауға арналған құтыны (65 ± 5) °С температурада су моншасында 15 - 20 мин жеңіл сілкей отырып (сұйық өнімдер болғанда таңдап) қыздырады. 20 °С - 25 °С дейінгі бөлме температурасында ағынды суда салқындатылады.

9.4.4 10 см³ этанол (см. 5.3) қосады. Майды жинауға арналған құты ішіндегісін құтының үлкен және кіші бөліктері арасында мұқият араластырады. 2 тамшы Конго қызыл ерітіндісін қосуды ұсынылады (5.4 қараңыз), содан кейін 20 °С - 25 °С дейінгі бөлме температурасында ағынды суда салқындатылады.

9.4.5 25 см³ диэтил эфирі қосылады (5.5 қараңыз). Майды шайғындауға арналған құтыны сумен (6.6 қараңыз) сіңірілген тығынмен жабады, тұрақсыз эмульсия болмайтындай етіп, 1 мин бойы құтыны жақсылап сілкиді.

Майды шайғындауға арналған құтыны сілку кезінде сұйық үлкен құтыдан кіші құтыға ағуын кезеңді жібере отырып, құтының кіші бөлігі жоғары бағытталатындай етіп, жатық түрде ұстайды. Қажет болған жағдайда бөлме температурасына дейін ағынды суда құтыны салқындатады. Тығын мен қақпақты мұқият алып тастайды және оны және құты мойнын 5.7 бойынша аздаған мөлшердегі араласқан еріткішпен шаяды. Шаюға арналған су құтыға кіретіндей етіп шаю бөтелкесін қолданады (6.8 қараңыз).

9.4.6 25 см³ петролейн эфирін (5.6 қараңыз) қосады. Майды шайғындауға арналған құтыны сумен суланған тығынмен қайта жабады. 9.4.5 белгіленген сияқты 30 с бойы қайта араластырылады.

9.4.7 Майды шайғындауға арналған құтыны 80 м/с² бастап 90 м/с² дейін радиалды үдеу кезінде 1 мин бастап 5 мин дейін центрифуга арқылы жібереді. Центрифуга болмаған жағдайда (6.2 қараңыз) жабық құтыны қалқымалы бөлік таза болғанға дейін және су қабатынан жеңіл бөлінгенге дейін кемінде 30 мин ұстағышта қалдырады.

Қажет болған жағдайда бөлме температураға дейін ағынды суда құтыны салқындатады.

9.4.8 Тығынды мұқият алады, майды шайғындауға арналған құтыны және оның ішкі бөлігін аздаған еріткіш қоспасымен шаяды (5.7 қараңыз). Шаю суы құтыға ағу үшін шаю бөтелкесін қолданады (6.8 қараңыз).

Егер өзара әрекет ету құты интерфейс (өзара әрекет ету) түбінен төмен болса, оны еріткіш сүзгішіне мүмкіндік беретіндей етіп, құты (1-суретті қараңыз) жанынан суды мұқият қоса отырып, осы деңгей үстіне көтереді.

ЕСКЕРТПЕ 1 және 2 суреттерде ИСО 3889 бойынша майды шайғындауға арналған құтының 3 типінің біреуі келтірілген.

9.4.9 Майды жинауға арналған құтыны кіші бөлігінен ұстайды және қайнатуға арналған жәшікте немесе конус тәрізді құтыда (металл ыдыс болса міндетті емес) қайнатуға арналған қосалқы құралдармен ұсталатын майды жинауға арналған ыдыста дайындалған қалқымалы қабатты мұқият құяды. Су қабатының төгілуін болдырмайды (2-суретті қараңыз).

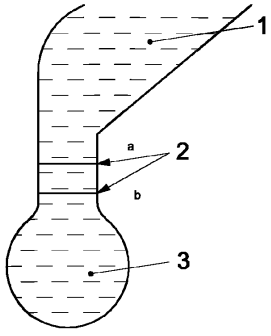
9.4.10 Майды жинауға арналған құтының сыртқы мойнын аздаған еріткіш қоспасымен шаяды (5.7 қараңыз). Шаюға арналған су майды жинауға арналған ыдыста жиналады.

Араласқан еріткіш майды жинауға арналған құтының сыртқы жағына құйылмауға арналған сақтандыру шараларын қабылдау керек. 9.4.14 белгіленген сияқты тазарту немесе булау арқылы еріткіш немесе оның бөлігін алып тастау ұсынылады.

9.4.11 Майды шайғындауға арналған құты ішіне 5 $см^3$ этанол (5.3 қараңыз) қосады. Этанол көмегімен құты мойнын шаяды және 9.4.4 белгіленген сияқты араластырады.

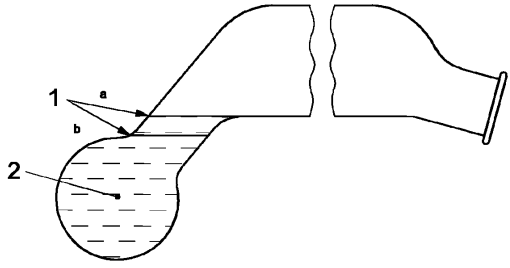
9.4.12 Екінші рет шайғындау 9.4.5 – 9.4.9 қоса алғанда қайталау операциялармен өткізіледі. 25 $см^3$ орнына 15 $см^3$ диэтил эфирін (5.5 қараңыз) және 15 $см^3$ петролейн эфирін (5.6 қараңыз) пайдаланады. Диэтил эфирін қолдана отырып, сондай-ақ майды шайғындауға арналған құты мойнының ішкі қабырғасын шаяды.

Қажет болған жағдайда еріткішті толық соңғы құюды (2-суретті қараңыз) жеңілдету үшін құты жанына суды мұқият қоса отырып (1-суретті қараңыз) құты стержені ортасындағы өзара әрекет деңгейін ақырындап көтереді.



1 – еріткіш; 2 - интерфейс (өзара әрекет); 3 – су қабаты; a – екінші және үшінші шайғындау кезінде; b – бірінші шайғындау кезінде

1-сурет – Құйғанға дейін



1 - интерфейс (өзара әрекет); 2 – су қабаты; a - екінші және үшінші шайғындау кезінде; b - бірінші шайғындау кезінде

2-сурет – Құйғаннан кейін

9.4.13 9.4.5 - 9.4.9 белгіленген операцияларды этанол қоспай қайта қайталап, үшінші шайғандауды өткізеді. Тек 15 см³ диэтил эфирін (5.5 қараңыз) және15 см³ петролейн эфирін (5.6 қараңыз) қайта пайдаланады. Диэтил эфирі кезінде майды шайғындауға арналған құты мойнының ішкі жағын қайта шаяды.

Қажет болған жағдайда еріткішті толық соңғы құюды (2-суретті қараңыз) жеңілдету үшін құты жанына суды мұқият қоса отырып (1-суретті қараңыз), құты стержені ортасындағы өзара әрекет деңгейін ақырындап көтереді.

ЕСКЕРТПЕ Үшінші шайғындау салмақтық үлесі (құрғақ заттың) 5 % кем майы болатын өнімдері үшін рұқсат етілуі мүмкін.

9.4.14 Майды жинауға арналған ыдыстан еріткішті (этанолды қоса) мүмкіндігінше толығымен конус тәрізді құты арқылы тазарту немесе қайнатуға арналған немесе өлшек не ыдысты (6.3 қараңыз) пайдалану кезінде буландыру арқылы алып тастайды. Конус тәрізді құты мойнының ішкі жағын араласқан еріткіштің (5.7 қараңыз) аздаған мөлшерімен тазартуды бастар алдында шаяды.

9.4.15 Еріткіш буын ұшыру үшін бір жағына орналасқан конус тәрізді құты бар немесе қайнатуға арналған, майды жинауға арналған ыдысты 102 °С температурада кептіргіш шкафта 1 сағ бойы қыздырады. Майды жинауға арналған ыдысты пештен алады және май тазалығын тексереді.

Егер май болмаса, майды жинауға арналған ыдыс шаңның түсуінен қорғалады және таразы бөлме температурасына дейін (майды жинауға арналған шыны ыдыс, кемінде 1 сағ, металл ыдыс кемінде 30 мин) салқындатылады.

Майды жинауға арналған ыдысты өлшер алдында сүртпейді. Майды жинауға арналған ыдысты таразыға орналастырар алдында ұстағыш пайдаланады (6.13 қараңыз). Майды жинауға арналған ыдыс 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшенеді.

9.4.16 Еріткіш буы ұшыру үшін бір жағына орналасқан қайнату немесе конус тәрізді құты болатын майды жинауға арналған ыдысты 102 °С температурада кептіргіш шкафта 1 сағ бойы қыздырады. Салқындатып және 9.4.15 белгіленген сияқты қайта өлшенеді. Қажет болған жағдайда майды жинауға арналған ыдыстың салмағы 1,0 мг немесе одан кем болғанша азайғанға дейін немесе екі тізбекті өлшеулер арасында артқанға дейін қыздыруды және өлшеу процедурасын қайталайды. Минималды салмағы майды жинауға арналған ыдыстың және шайғындау заттың салмағы сияқты жазылады.

10 Нәтижелерді өңдеу

10.1 Үлгінің салмақтық үлесі пайызда өрнектелген w_f майдың құрамы (1) формула бойынша есептеледі:

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

мұндағы m_0 – жұмысшы бөліктің салмағы (9.1 қараңыз), г;

m_1 - 9.4.16 анықталған майды жинауға арналған ыдыстың және шайғындау заттың салмағы, г;

m_2 - майды жинауға арналған дайындалған ыдыстың салмағы (9.3 қараңыз), г;

m_3 - бақылау сынағында және 9.4.16 анықталған шайғындалған заттарда майды жинауға арналған ыдыстың салмағы, г;

m_4 - бақылау сынағында (9.2 қараңыз) пайдаланылған майды (9.3 қараңыз) жинауға арналған ыдыстың салмағы, г.

10.2 Нәтиже екі ондыққа дейін дөңгелектенеді.

11 Дәлдігі

11.1 Зертханааралық сынақ

Зертханааралық сынақ бөлшектері *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6* сәйкес.

Жинақтылық пен өндірімділік шегі көрсеткіштері 95 % сенімділік ықтималға сәйкес келеді және келтіргенді есептемегенде концентрация ауқымына және матрицаларға қолданылмайды.

11.2 Жинақтылығы

Екі тәуелсіз бірлік сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы, бірдей сынақ материалында бір зертханада, бір жабдықты қолданып, бір оператор қысқа уақыт аралығында, бір әдісті пайдалану арқылы алынған, мына мәндерден қарағанда 5 % жағдайдан артылмауға тиіс:

- 0,05 % сұйық өнімдері үшін;
- 0,01 % майдың құрамы ≤ 5 % салмақтық үлесі өнімдері үшін;
- 0,2 % майдың құрамы салмақтық үлесі 5 % артық өнімдер үшін.

11.3 Өндірімділігі

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы, бірдей сынақ материалында әр түрлі зертханада, әр түрлі жабдықты қолданып, әр түрлі оператор қысқа уақыт аралығында, әр түрлі әдісті пайдалану арқылы алынған, мына мәндерден қарағанда 5 % жағдайдан артылмауға тиіс:

- 0,1 % сұйық өнімдері үшін;
- 0,2 % майдың құрамы ≤ 5 % салмақтық үлесі өнімдері үшін;
- 0,4 % майдың құрамы салмақтық үлесі 5 % артық өнімдер үшін.

12 Сынақ нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мынадай ақпарат болуға тиіс:

а) үлгіні толық сәйкестендіруге қажетті ақпарат;

б) үлгілерді іріктеу әдісі;

в) сынау әдісіне, сондай-ақ осы стандартқа пайдаланылатын сілтеме;

г) осы стандартта белгіленбеген немесе сынақ нәтижесіне әсер етуі мүмкін инцидент бөлшектері орнына міндетті емес саналатын барлық жұмысшы бөлшектер;

д) егер көрсеткіш 2,5 мг артық болса, осы әдіс үшін бақылау сынағында алынған болатын барлық енгізілген түзетулер;

е) алынған сынақ нәтижелері немесе жанықтылығын тексерген жағдайда соңғы келтірілген нәтиже.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Процедура бойынша ескертпелер

А.1 Реактивтерді тексеруге арналған бақылау сынағы (9.2.2 қараңыз).

Осы бақылау сынағында салмағын бақылауға арналған майды жинауға арналған ыдыс таразылық бөлменің атмосфералық жағдайындағы немесе реактив сығындысында ұшпайтын заттардың болуын және болмауын көрсетуге тиіс май жинайтын ыдыстың жылу әсерінің өзгеруін тексеру үшін қолданылуға тиіс. Май жинауға арналған ыдысты екі тостағанды таразымен өлшеу жағдайында қарсы салмақты ыдыс ретінде қолдануға тиіс.

Әйтпесе, бақылау сынағы үшін пайдаланатын майды жинауға арналған ыдыстың салмағын тексеру кезінде бақылау мақсаттары үшін майды жинауға арналған ыдыс $[(m_3 - m_4)]$ (10.1 қараңыз) қосылған салмағының ауытқуын ескеру керек. Осылайша, бақылау мақсаттары үшін майды жинауға арналған ыдыс салмағында нақты өзгерістер үшін түзетілген майды жинауға арналған ыдыстың нақты өзгерістер 1,0 мг артық салмақта артуын көрсетпеуге тиіс.

Өте сирек еріткіште майда берік сақталып қалатын ұшпа заттары болуы мүмкін. Егер ол осындай заттың болуы көрсеткіші болып табылса, 1 г жаңа сусыз сүт майы болатын май жинайтын ыдысты пайдаланып, бақылау сынағын орындау керек. Қажет болған жағдайда 100 $см^3$ еріткіште 1 г сусыз сүт майының болуымен еріткішті тазалау керек. Еріткішті қайта тазартылғаннан кейін уақытша пайдаланады.

А.2 Бір уақытта анықтаумен жүргізілетін бақылау сынағы (9.2.1 қараңыз)

Бір уақытта анықтаумен орындалған бақылау сынақтары кезінде алынған мәндер реактивтерден шығарылған ұшатын заттардың болуына және таразылық бөлменің атмосфералық жағдайындағы кез келген өзгерістері кезінде май жинайтын ыдыс мен екі өлшемде өлшеуге арналған таразылық бөлме арасындағы температуралық айырмашылық кезінде де жұмысшы бөліктен шайғындалатын заттардың біріктірілген салмағына біріктірілген салмаққа түзетуге мүмкіндік береді (9.4.16 және 9.3 қараңыз).

Қолайлы жағдай кезіндегі (бақылау сынақтары кезіндегі төменгі мәні, өлшеуге арналған зертхананың тұрақты температурасы, май жинайтын ыдысқа арналған жеткілікті салқындату уақыты) мәні кемінде 1,0 мг құрайды. 2,5 мг дейін мәнді жоғарылатуға болады. Түзеткеннен кейін деректер мәні үшін нәтиже нақты болады. 2,5 мг көп мәнге түзету енгізсе, онда берілген нәтиже сынақ хаттамасында көрсетілуге тиіс (12-бөлімді қараңыз).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәні тұрақты 1,0 мг артса, онда реактивтер, егер соңғы кезде тексеру өткізбеген жағдайда, тұрақты

тексерілуге тиіс. Кез келген таза емес реактив немесе реактивтер ауыстырылуға немесе тазартылуға тиіс (9.2.2 және А.1 қараңыз).

А.3 Пероксидтердің болуына сынау (тотық)

Пероксидтің болуына сынақ жүргізу үшін 100 г/дм^3 калий иодиды 1 см^3 жаңа дайындалған ерітіндісін алдын ала эфирмен жуылған шыны тығын бар кіші цилиндрдегі 10 см^3 диэтил эфиріне (5.5 қараңыз) қосады. Цилиндрді сілкіп, 1 мин бойы тұнып тұруға мүмкіндік береді. Диэтил эфирі қабатында сары түс болмауға тиіс.

Пероскидтің болуына басқа да тиісті сынау әдістерін қолдануға рұқсат етіледі.

Диэтил эфиріндегі пероксидтің болмауын қамтамасыз ету үшін және осы қалыпты ұстап тұру үшін диэтил эфирін кемінде қолданар алдында алдын ала 3 күн бұрын былай өңдеу керек:

- мырыш қағазын литр диэтил эфиріне шамамен 8 000 мм^2 мырыш қағазын пайдалана отырып, диэтил эфирі құйылған өлшемі бөтелке көлемінің жартылай өлшемді жолаққа кеседі;
- пайдалануды бастар алдында фольга жолағын 1 литр концентрацияланған (98 % салмақтық үлесі) күкірт қышқылының (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 10 г мыс сульфаты пентагидраты болатын ерітіндіге 1 мин жүктейді. Жолақты мұқият, абайлап шаю керек, ылғал мыс қосылған (мыспен жабылған) жолақты эфир құйылған бөтелкеге салады және жолақты бөтелкеге қалдырады.

Анықтама нәтижелеріне әсер етпейтін жағдайда басқа да әдістерді қолдануға рұқсат етіледі.

А.4 Құрамында антиоксиданты болатын диэтил эфирі

Құрамында килограмына шамамен 1 мг антиоксиданты болатын диэтил эфирі майды анықтау үшін, кейбір елдерде сатылымға рұқсат етілген. Осы құрам стандарттық мақсаттар үшін оның қолданылуын алып тастамайды.

Басқа елдерде антиоксиданттердің құрамы айтарлықтай жоғары болатын диэтил эфирі, мысалы, 7 мг/кг дейін сатуға рұқсат етілген.

Осындай эфир антиоксидант тұнбасына салдарынан жүйелі ауытқуларды түзету үшін анықтаумен бір уақытта жүргізетін міндетті бақылау сынағын жүргізумен стандарттық анықтамалар үшін қолданылады. Стандарттық мақсаттар үшін, осындай диэтил эфирін қолданар алдында үнемі тазартылуға тиіс.

А.5 Этанол

Метанол қосу арқылы басқаша жарамсызданған этанол жарамсызданған құрал анықтама нәтижелеріне әсер етпеген жағдайда қолданыла алады.

Б қосымшасы
(ақпараттық)

Сифон және фитингілі шаю бөтелкелермен майды шайғындау үшін сынауық қолданылған балама процедура

Б.1 Жалпы ережелер

Сифон фитингілерімен немесе шаюға арналған фитингілермен майды шайғындау үшін сынауықтарды қолдану кезінде осы қосымшада белгіленген процедура пайдаланылады. Сынауықтарды 6.6 құты үшін белгіленген сияқты (мысал ретінде Б.1 суретін қараңыз) сапасы жақсы немесе тығынмен (қақпақпен) қамтамасыз ету керек.

Б.2 Процедура

Б.2.1 Сынақ үлгісін дайындау

8-бөлімді қараңыз

Б.2.2 Жұмысшы бөлік

Майды шайғындау үшін сынауықтарды қолданып, 9.1 белгіленген сияқты жалғастырады (6.6 ескертпені және Б.1 суретін қараңыз).

Жұмысшы бөлік майды шайғындауға арналған сынауық түбіне мүмкіндігінше толтырып жеткізіледі.

Б.2.3 Бақылау сынағы

9.2 және А.2 қараңыз.

Б.2.4 Майды жинауға арналған ыдысты дайындау

9.3 қараңыз

Б.2.5 Анықтау

Б.2.5.1 Анықтауды тез арада жүргізу керек.

Қажет болған жағдайда 10 - 11 $см^3$ дейінгі жалпы көлем алу үшін майды шайғындау (Б.2.2 қараңыз) үшін сынауықтағы жұмысшы бөлігіне (65 ± 5) °С температура кезінде алдын ала қыздырылған суды қосады. Сынауық түбіндегі жұмысшы бөлікті шаю үшін су қолданылады. Жұмыс бөлігін толық ұсақтағанға дейін 40 °С бастап 60 °С дейінгі температурада ұсталатын су моншасында (6.5 қараңыз) ақырын қыздыра отырып мұқият сілкиді.

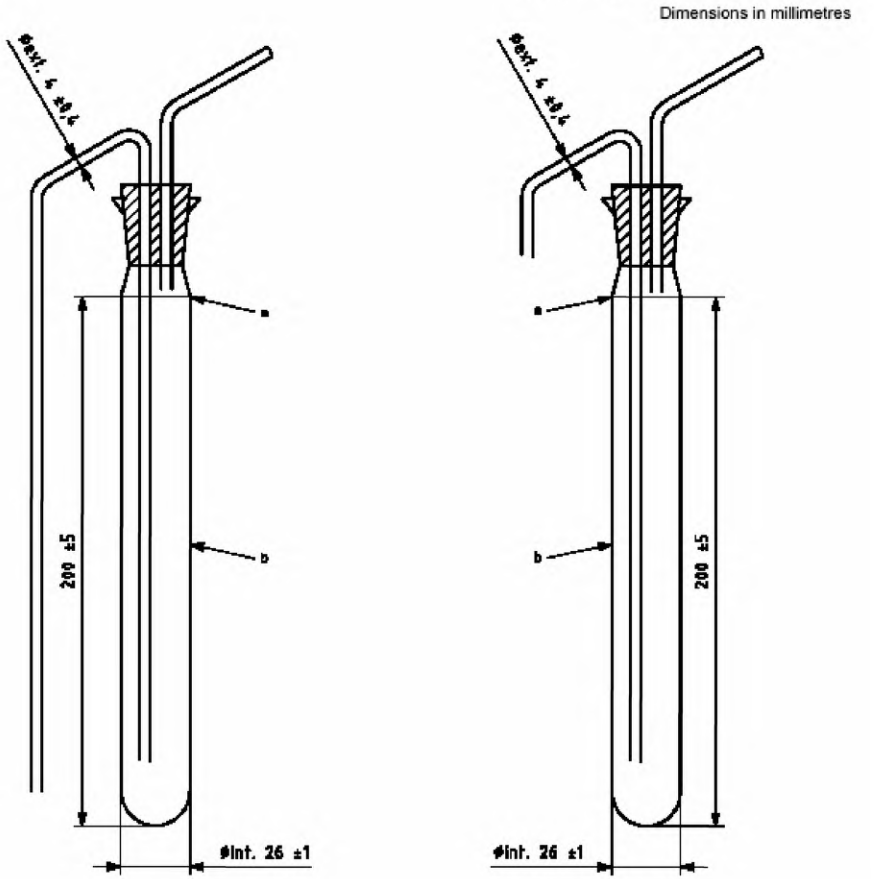
Б.2.5.2 Майды шайғындауға арналған сынауықтағы жұмысшы бөлігіне 2 $см^3$ аммиак ерітіндісі (5.2 қараңыз) немесе айтарлықтай концентрацияланған аммиак ерітіндісінің (5.2 ескертпені қараңыз) баламалы ерітіндісін қосады. Майды шайғындауға арналған сынауық түбінде алдын ала өңделген жұмысшы бөлікпен мұқият араластырылады.

Б.2.5.3 Сынауықты 65 °С дейінгі температурада су моншасында 15 мин бастап 20 мин дейін арасында шайқап қыздырады (сұйық өнімдер болса, міндетті емес). Бөлме температураға дейін ағынды суда салқындатылады.

Б.2.5.4 10 $см^3$ этанол қосады (5.3 қараңыз). Майды шайғындауға арналған сынауық түбіндегі қоспасымен мұқият араластырылады. 2 тамшы Конго қызыл ерітіндісін қосуды ұсынылады (5.4 қараңыз).

Өлшемдері миллиметрмен берілген

Dimensions in millimetres



а) сифон фитингісі болатын б) шаю фитингісі болатын

а – фитингісі болатын деңгейге дейінгі көлем (105 ± 5) см^3 жылжыды; b – қабырға қалыңдығы (1,5 ± 0,5) мм.

Б.1 - суреті Майды шайғындауға арналған сынауық үлгісі

Б.2.5.5 25 см^3 диэтил эфирін (5.5 қараңыз) қосады. Майды шайғындауға арналған тығынды суда суланған тығынмен немесе сумен ылғалдандырылған (6.6 қараңыз) басқа материалдан жасалған тығынмен сынауықты жабады. Тұрақты эмульсия туын болдырмау үшін 1 мин бойы қайталанатын қозғалыспен тығынды жақсылап сілку керек. Қажет болған жағдайда сынауықты ағынды суда салқындатады. Тығын мен қақпақты мұқият алады және оны және сынауық мойнын аздаған араласқан еріткіш мөлшерімен

шаяды (5.7 қараңыз). Шаю бөтелкесін (6.8 қараңыз) шайынды су сынауыққа ағатындай етіп қолданады.

Б.2.5.6 25 $см^3$ петролейн эфирін (5.6 қараңыз) қосады. Майды шайғындауға арналған сынауықты қайта ылғандандырылған тығынмен немесе қақпақпен (суға жүктеу көмегімен) жабады. Сынауықты 2.5.5 келтірілгендей 30 с бойы жақсылап сілкиді.

Б.2.5.7 Жабық сынауықты 80 м/с² бастап 90 м/с² дейін радиалды үдеу кезінде 1 мин бастап 5 минутқа дейін майды шайғындауға арналған центрифуга арқылы өткізеді. Егер центрифуга қол жетімсіз болса (6.2 қараңыз), жабық сынауықты қалқымалы қабаты таза болғанға дейін және су қабатынан бөлінбейінше кемінде 30 мин бойы штативте (6.7 қараңыз) тұндырады.

Қажет болған жағдайда сынауықты 18 °С бастап 23 °С дейінгі температураға дейін ағынды суда салқындатады.

Б.2.5.8 Тығын мен қақпақты мұқият алады және оны және сынауық мойнын аздаған араласқан еріткіш мөлшерімен шаяды (5.7 қараңыз). Шаю бөтелкесін (6.8 қараңыз) шайынды су сынауыққа ағатындай етіп қолданады.

Б.2.5.9 Майды шайғындауға арналған сынауықта сифон фитингі немесе шаю фитингін орнатады. Фитингтің ішкі ұзын бөлігін жіберу саңылауы қабаттар арасындағы интерфейсінен 4 мм жоғары болғанға дейін алға қозғайды. Фитингтің ішкі бөлігі майды шайғындауға арналған сынауық осьіне параллель болуға тиіс.

Қайнау немесе конус тәрізді құты (металл ыдыс үшін міндетті емес) кезінде қайнатуға арналған қосалқы құралы болатын майды шайғындауға арналған сынауықтан (9.3 қараңыз) қалқымалы қабатын мұқият орнын ауыстырады. Су қабатының қайта құйылуын болдырмау керек. Фитингтің сыртқа шығарылатын өткізгішін майды шайғындауға арналған ыдысқа шайынды суды жинай отырып, аздаған еріткіш мөлшерімен шаяды.

ЕСКЕРТПЕ Қалқымалы қабат майды шайғындауға арналған сынауықтан ығыстырылуы мүмкін, мысалы, қысымды қолдануға арналған қысқа стерженьге бекітілген резеңке құты арқылы.

Б.2.5.10 Фитинг майды шайғындауға арналған сынауық мойнынан босатылады. Фитинг жеңіл көтерілді және ішкі ұзын бөліктің төменгі жағы аздаған араласқан еріткіш мөлшерімен шайылады (5.7 қараңыз).

Жібереді және фитингіні қайта орнатады және майды жинауға арналған ыдысқа шайынды суды қайта құяды.

Фитингтің сыртқа шығарылатын өткізгішін, майды шайғындауға арналған ыдысқа шайынды суды жинай отырып, аздаған еріткіш мөлшерімен қайта шаяды.

9.4.14 белгіленген сияқты тазарту немесе буландыру арқылы майды жинауға арналған ыдыстан еріткішті немесе оның бөлігін алып тастауға рұқсат етіледі.

Б.2.5.11 Фитингіні мойыннан қайта босатады. Фитингіні жеңіл көтеріп және 5 $см^3$ этанолды майды шайғындауға арналған сынауқ құрамына қосады. Фитингтің ішкі ұзын жағын шаю үшін этанол қолданады. Б.2.5.4 сипатталған сияқты араластырады.

Б.2.5.12 Б.2.5.5-Б.2.5.10 сипатталған қайталау операциялары көмегімен қайта шайғындау өткізіледі. 25 $см^3$ орнына 15 $см^3$ диэтил эфирін (5.5 қараңыз) және 15 $см^3$ петролейн эфирін (5.6 қараңыз) пайдаланады. Диэтил эфирін қолдана отырып, алдыңғы шайғындаудан кейін майды шайғындауға арналған сынауықтан фитингіні алу кезінде фитингінің ішкі ұзын бөлігін шаяды.

Б.2.5.13 Б.2.5.5 – Б.2.5.10 келтірілген операцияларды қайталай отырып, этанол қоспай, үшінші шайғындауды өткізеді. 15 $см^3$ диэтил эфирін және 15 $см^3$ петролейн эфирін қайта пайдаланады. Диэтил эфирі арқылы Б.2.5.12 келтірген сияқты фитингінің ішкі ұзын бөлігін шаяды.

ЕСКЕРТПЕ Үшінші шайғындау құрғақ заттың негізінде май құрамының салмақтық үлесі 5 % кем болатын өнімдер үшін міндетті емес.

Б.2.5.14 9.4.14-9.4.16 белгіленген сияқты жалғастырады.

ӘОЖ 637.144:637.041:543.557:637.071:071:543:006.354(574)
МСЖ 67.100.99

Түйінді сөздер: сүт негізіндегі балалар тағамы өнімдері, құрғақ зат, майдың құрамы, шайғындау, ерітінді, реактив, тазарту, майды шайғындауға арналған ыдыс, буландыру

Ескертулер үшін

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира
Гравиметрический метод (контрольный метод)

СТ РК ИСО 8381-2009

ISO 8381:2008 Milk-based infant foods – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method), (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации», техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт - Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8381:2008 Milk-based infant foods – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method) (Продукты детского питания на основе детского молока. Определение содержания жиров. Гравиметрический метод. (Контрольный метод)), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании», технического регламента «Требования к безопасности молока и молочной продукции»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	3
4	Сущность метода	3
5	Реактивы	3
6	Аппаратура	4
7	Отбор образцов	5
8	Подготовка испытательного образца	6
9	Порядок проведения контроля	6
10	Обработка результатов	11
11	Точность	12
12	Оформление результатов испытаний	12
	Приложение А (информационное) Примечания по процедурам	14
	Приложение Б (информационное) Альтернативная процедура с применением пробирок для экстракции жиров с сифоновыми и промывающими бутыли фитингами	16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира
Гравиметрический метод (контрольный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (контрольный) метод определения содержания жиров в продуктах детского питания на основе молока.

Метод применим к продуктам детского питания на основе жидкого, концентрированного и сухого молока с массовой долей сухого вещества (крахмал, декстрин, овощи и мясо) не более 5 %.

ПРИМЕЧАНИЕ Мальтодекстрины без декстринов с высокой молекулярной массой, часто присутствующие в детском питании, не нарушают экстракции Роуз-Готлиб, даже при их наличии в высоких концентрациях.

Настоящий метод неприменим к продукции, которая не растворяется полностью в аммиаке, из-за наличия крахмала или декстрина при массовой доле более нескольких процентов или при наличии твердых кусочков. Метод также неприменим к продукции, содержащей свободные жирные кислоты в значительных количествах. Результаты, полученные для этих продуктов, слишком низкие.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для таких продуктов применяется метод, использующий принцип Вейбула Бернтропа по *СТ РК ИСО 8262-1.*

ПРИМЕЧАНИЕ 2 При применении настоящего стандарта используются опасные материалы, операции и оборудование. Настоящий стандарт не ставит цели охватить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Ответственность за обеспечение безопасности и здоровья и определение применимости регулятивных ограничений до начала применения возлагается на пользователя настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО 8262-1-2009 Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 1. Продукты детского питания.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ИСО 3889 Молоко и молочные продукты. Технические условия для колбы типа Можонье для экстрагирования жиров.*

---

* *применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **Содержание жиров в молоке:** Массовая доля веществ, определенная по процедуре, изложенной в настоящем стандарте.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жиров выражается в процентах массовой доли.

4 Сущность метода

Раствор спиртового экстракта аммиака рабочей части экстрагируется с диэтиловым эфиром и петролейным (низкокипящим) эфиром. Растворители удаляются при дистилляции или выпаривании. Определяется масса экстрагируемых веществ.

5 Реактивы

5.1 Применяются только реактивы признанной аналитической степени (класса), если не обусловлено иначе, и только дистиллированная или деминерализованная вода или вода эквивалентной чистоты по *ГОСТ 6709*.

Реактивы не должны оставлять заметного осадка при проведении определения методом, установленным в 9.2.2.

5.2 Раствор аммиака, содержащий массовую долю NH_3, приблизительно 25 % (ρ_{20} = 910 г/дм^3).

ПРИМЕЧАНИЕ Если раствор аммиака такой концентрации недоступен, можно использовать более концентрированный раствор известной концентрации (см. 9.4.2).

5.3 Этанол (C_2H_5OH) или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола, по меньшей мере, 94 %. (см. А.5).

5.4 Раствор конго красного (конгорот). Растворяют 1 г конго красного ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 см^3 (см. 6.14). Доводят до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Применение настоящего раствора, позволяющего ясно видеть взаимодействие между растворителем и водными слоями, выборочно (см. 9.4.4). Другие водные индикаторные растворы могут применяться при условии, что они не повлияют на результат определения.

5.5 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), без пероксидов (см. А.3), содержащий не более 2 мг/кг антиоксидантов и соответствующий требованиям контрольного испытания (см. 9.2.2, А.1 и А.4).

ПРИМЕЧАНИЕ Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Соблюдают действующие меры безопасности для обработки, использования и уничтожения.

5.6 Петролейный (низкокипящий) эфир, с диапазоном кипения от 30 °С до 60 °С или в качестве эквивалента, пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) с температурой кипения 36 °С, и соответствующий требованиям контрольного испытания (См. 9.2.2, А.1 и А.4). Применение пентана рекомендовано вследствие его особой чистоты и соответствующего качества.

5.7 Смешанный растворитель: перед применением смешивают равные части диэтилового эфира (см. 5.5) и петролейного эфира (см. 5.6).

6 Аппаратура

ПРИМЕЧАНИЕ Вследствие того, что данный метод включает применение летучих воспламеняемых растворителей, применяемое электрическое оборудование должно соответствовать законодательным актам, относительно опасности применения таких растворителей.

6.1 Аналитические весы *по ГОСТ 24104,* способные взвешивать с точностью до 1 мг, с возможностью считывания до 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная удерживать колбы для экстракции жиров или пробирок (см. 6.6) и способная вращаться со скоростью 500 мин$^{-1}$ при радиальном ускорении от 80 до 90 м/с^2 у внешнего края колб или пробирок.

Применение центрифуги необязательно, но рекомендовано (см. 9.4.7).

6.3 Аппарат для дистилляции или испарения, для дистилляции растворителей и этанола из конических колб, или выпаривания из мензурки или посуды (см. 9.4.14) при температуре не более 100 °С.

6.4 Сушильная печь, электрическая, с полностью открытым вентиляционным люком, способная поддерживать температуру (102 ± 2) °С в рабочем пространстве.

6.5 Водяные бани, способные поддерживать температуру от 30 °С до 40 °С, от 40 °С до 60 °С, и от 60 °С до 70 °С.

6.6 Колбы типа Можонье для экстрагирования жиров по ИСО 3889.

ПРИМЕЧАНИЕ Также возможно применение трубок для экстрагирования жиров, с сифоновыми или промывающими фитингами, но процедура отличается. Альтернативная процедура приведена в Приложении Б.

Колбы для экстрагирования жиров должны быть оснащены высококачественными пробками или затычками (из силиконовой резины или политетрафлуороэтилена), не подвергающиеся влиянию применяемого реактива. Пробки должны экстрагироваться диэтиловым эфиром (см. 5.5), находиться в воде при температуре не менее 60 °С в течение 15 мин, затем охлаждаться в воде.

6.7 Стойка (штатив) для колб (или пробирок) для экстрагирования жиров (см. 6.6).

6.8 Промывочный бутыль, пригодный для применения со смешанным растворителем (см. 5.7) Пластиковые промывочные бутыли не применяются.

6.9 Сосуды для сбора жиров, такие как колбы для кипячения (плоскодонные), вместимостью от 125 до 250 см³, конические колбы, вместимостью 250 см³ или металлическая посуда.

Если используется металлическая посуда, она должна быть из нержавеющей стали, плоскодонная, с диаметром от 80 до 100 мм и высотой 50 мм.

6.10 Вспомогательные средства для кипячения, без жиров, из непористого фарфора или карбида кремния (необязательно при использовании металлической посуды).

6.11 Измерительные цилиндры, вместимостью 5 и 25 см³, в соответствии с требованиями *ГОСТ 1770* или другой аппарат, пригодный для рассматриваемого продукта.

6.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 см³, соответствующие требованиям *ГОСТ 29227*.

6.13 Металлические щипцы для удерживания колб, мензурок или посуды.

6.14 Мерная колба, с одной меткой (одномерная), вместимостью 100 см³, соответствующая требованиям ГОСТ 1770.

6.15 Часы с ценой деления 1 мин.

7 Отбор образцов

Отбор проб приведен *в ГОСТ 26809*.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

Хранят все жидкие, вязкие или кашеобразные лабораторные образцы при температуре от 2 °С до 6 °С от времени отбора образцов до начала процедуры. Хранят лабораторные образцы в запечатанных банках или бутылях в закрытом виде при температуре не более 20 °С до начала процедуры.

8 Подготовка испытательного образца

8.1 Жидкие продукты

Встряхивают и переворачивают контейнер с образцом. Затем медленно наливают образец во второй контейнер, имеющий герметичную крышку. Жиры и другие составные части, налипшие к стенкам и краям первого контейнера, перемещают во второй контейнер. Содержимое смешивают, закрывают контейнер.

По необходимости, кондиционируют закрытый образец в водяной бане (см. 6.5) при температуре от 40 °С до 60 °С. Вынимают и встряхивают контейнер каждые 15 мин. По истечении 2 ч вынимают контейнер, доводят до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С). Снимают крышку или колпачок, смешивают содержимое, помешивая лопаткой или шпателем. (При отделении жиров не испытывают образец). Испытательный образец перемешивают, плотно укладывают во второй контейнер, снабженный герметичной крышкой. Закрывают контейнер.

8.2 Вязкие или кашеобразные продукты

Открывают контейнер с образцом и перемешивают содержимое лопаткой или шпателем, а также вращают контейнер так, чтобы верхние и нижние слои смешивались. Осторожно смешайте в испытательный образец весь жир и другие компоненты, налипшие к стенкам и краям контейнера. Испытательный образец полностью перемещают во второй контейнер, снабженный герметичной крышкой. Закрывают контейнер.

По необходимости, кондиционируют закрытый образец в водяной бане (см. 6.5) при температуре от 30 °С до 40 °С. Вынимают контейнер, вытирают салфеткой и открывают. Выскабливают весь испытательный образец, налипший к внутренностям контейнера. Перемещают испытательный образец в большую посуду, тщательно перемешивают и смешивают до однородной массы. Перемещают испытательный образец во второй контейнер для образца, снабженный герметичной крышкой. Закрывают контейнер.

8.3 Сухие продукты

Тщательно размешивают контейнер с образцом многочисленным вращением и переворачиванием. По необходимости, перемещают весь испытательный образец в подходящий герметичный контейнер для образца достаточной вместимости, для проведения этой операции.

9 Порядок проведения контроля

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если требуется проверка выполнения предела сходимости (11.2), выполняются два отдельных определения в соответствии с п. 9.1 до 9.4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Выборочная процедура, использующая пробирки для экстракции жиров с сифоновыми или промывающими бутыли фитингами (см. Примечание 6.6.), приведена в Приложении Б.

9.1 Рабочая часть образца

Смешивают испытательный образец (см. Раздел 8) в случае вязких, кашеобразных или сухих продуктов помешиванием или в случае жидких продуктов, осторожно переворачивая контейнер с образцом три или четыре раза. Взвешивают от 1500 до 10000 г испытательного образца с точностью до 1 мг, соответствующего 1,0 г – 1,5 г сухого вещества, в колбу для экстрагирования жиров (6.6).

Перемещают рабочую часть образца в меньшую колбу для экстрагирования жиров.

9.2 Контрольные испытания

9.2.1 Контрольное испытание для метода

Контрольное испытание проводят одновременно с определением, приведенным в 9.4, применяя одинаковую процедуру и одинаковые реактивы, но заменяя диспергированную (рассеянную) рабочую часть образца в 9.4.1 на 10 см³ воды (см. А.2).

При использовании одного контрольного образца для партии испытательных образцов, среди которых отдельные образцы могут не иметь одинаково точных условий, следует обеспечить точное соответствие процедуры для получения показателя контроля при вычислении результатов процедуры отдельного испытательного образца.

Если показатель, полученный в контрольном испытании, превышает 1,0 мг, необходимо проверить реактивы (см. 9.2.2). Поправки более 2,5 мг указывают в протоколе испытаний.

9.2.2 Контрольное испытание для реактивов

Для испытания качества реактивов, проводят контрольное испытание как установлено в 9.2.1. Дополнительно, применяют пустой сосуд для сбора жиров, приготовленный как установлено в 9.3 для контроля массы. Реактивы не должны оставлять более 1,0 мг осадка (см. А.1).

Если осадок полного контрольного испытания реактивов более 1,0 мг, определяют осадок растворителей отдельно дистилляцией 100 см³ диэтилового эфира (см. 5.5) и петролейного эфира (см. 5.6), соответственно. Применяют пустую посуду для сбора жиров, приготовленную для целей контроля, как в предыдущем пункте, для получения действительной массы осадка, которая не должна превышать 1,0 мг.

Растворители могут содержать летучие вещества, которые сохраняются в жире. Если есть указания на наличие таких веществ, выполняют контрольные испытания на всех реактивах и для каждого растворителя, используя посуду для сбора жиров с 1 г безводного молочного жира. По необходимости,

повторно дистиллируют растворители с наличием 1 г безводного молочного жира на 100 см³ растворителя. Применяют растворители только после редистилляции.

Заменяют реактивы и растворители, не прошедшие контрольное испытание, или повторно редистиллируют растворители.

9.3 Приготовление сосуда для сбора жиров

Сосуд для сбора жиров (см. 6.9) сушат вспомогательными средствами для кипячения в печи (см. 6.4) в течение 1 ч.

ПРИМЕЧАНИЕ Вспомогательные средства для кипения способствуют мягкому кипению при последующем удалении растворителей, особенно когда используются сосуды для сбора жиров; если используется металлическая посуда, применение вспомогательных средств необязательно.

Сосуд для сбора жиров защищают от пыли и охлаждают до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С) (стеклянный сосуд для сбора жиров в течение 1 ч, металлическая посуда по меньшей мере 30 мин), затем взвешивают.

Во избежание недостаточного охлаждения или переохлаждения сосуд для сбора жиров не следует помещать в десикатор.

Сосуд для сбора жиров помещают на весы с помощью держателей (см. 6.13), затем взвешивают с точностью до 1,0 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ Применение держателей способствует эффективно избежать воздействия на изменения температуры.

9.4 Определение

9.4.1 Определение проводят без промедления. При необходимости для получения общего объема от 10 см³ до 11 см³ к рабочей части образца в колбе для экстрагирования жиров (см. 9.1) добавляют воду, разогретую при температуре (65 ± 5) °С. Применяют воду для промывки рабочей части образца со дна колбы. Осторожно взбалтывают колбу, слегка подогревая на водяной бане (см. 6.5), при температуре от 40 °С до 60 °С до тех пор, пока рабочая часть образца полностью будет диспергирована.

9.4.2 Добавляют 2 см³ раствора аммиака (см. 5.2) к диспергированной рабочей части образца в колбе для экстрагирования жиров (см. 9.4.1) или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (см. примечание к 5.2). Тщательно размешивают с рабочей частью в малом сосуде колбы для экстрагирования жиров.

9.4.3 Разогревают колбу для экстрагирования жира при температуре (65 ± 5) °С в водяной бане от 15 до 20 мин, изредка потряхивая (выборочно, в случае жидких продуктов). Охлаждают в проточной воде до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С).

9.4.4 Добавляют 10 см³ этанола (см. 5.3). Осторожно перемешивают содержимое колбы для сбора жиров между большой и малой частью колбы. Рекомендуется добавить 2 капли раствора Конго красного (см. 5.4), затем колба охлаждается в проточной воде до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С).

9.4.5 Добавляют 25 см³ диэтилового эфира (см. 5.5). Закрывают колбу для экстрагирования жира пробкой, пропитанной водой (см. 6.6), энергично встряхивают колбу в течение 1 мин, чтобы не образовывались нестойкие эмульсии.

При встряхивании, колбу для экстрагирования жиров держат в горизонтальном положении, чтобы малая часть колбы была направлена вверх, периодически допуская попадание жидкости из большой колбы в малую колбу. По необходимости, охлаждают колбу в проточной воде до комнатной температуры. Осторожно удаляют пробку или затычку и промывают ее и горловину колбы небольшим количеством смешанного растворителя по 5.7. Применяют промывочную бутыль (см. 6.8), для того чтобы промывочная вода попала в колбу.

9.4.6 Добавляют 25 см³ петролейного эфира (см. 5.6). Закрывают колбу для экстракции жиров пробкой, повторно смоченной водой. Осторожно смешивают вновь в течение 30 с, как установлено в 9.4.5.

9.4.7 Закрытую колбу для экстракции жиров пропускают через центрифугу от 1 до 5 мин при радиальном ускорении от 80 до 90 м/с². При отсутствии центрифуги (см. 6.2) закрытую колбу оставляют в держателе (см. 6.7), по меньшей мере, на 30 мин до тех пор, пока всплывающий слой не станет чистым и легко отделяемым от водного слоя. По необходимости, охлаждают колбу в проточной воде до комнатной температуры.

9.4.8 Осторожно удаляют пробку, промывают ее и внутреннюю часть горловины колбы для экстрагирования жиров небольшой смесью растворителя (см. 5.7). Применяют промывочный бутыль (см. 6.8), для того чтобы промывочная вода попала в колбу. Если взаимодействие ниже дна интерфейса (взаимодействия) колбы, ее слегка приподнимают над этим уровнем, осторожно добавив воды сбоку от колбы (см. Рисунок 1), чтобы способствовать фильтрованию растворителя.

ПРИМЕЧАНИЕ На Рисунках 1 и 2 приведен один из трех типов колб для экстрагирования жиров по ИСО 3889.

9.4.9 Колбу для сбора жиров держат за малую часть и осторожно декантируют всплывающий слой в приготовленный сосуд для сбора жиров (см. 9.3), удерживаемый вспомогательными средствами для кипения (6.10) в ящике для кипячения или в конической колбе (необязательно в случае с металлической посудой). Избегают попадания водного слоя (см. Рисунок 2).

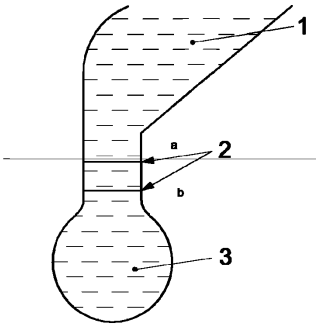
9.4.10 Промывают внешнюю горловину колбы для сбора жиров небольшой смесью растворителя (см. 5.7). Промывочную воду собирают в

сосуд для сбора жиров. Следует принять меры предосторожности, чтобы смешанный растворитель не пролить на внешнюю сторону колбы для сбора жиров. Рекомендуется удаление растворителя или его части при помощи дистилляции или испарения как установлено в 9.4.14.

9.4.11 Добавляют 5 см^3 этанола (см. 5.3) к содержимому колбы для экстрагирования жиров. При помощи этанола промывают горловину колбы и смешивают, как установлено в 9.4.4.

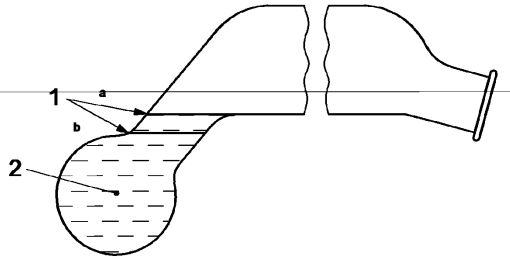
9.4.12 Второе экстрагирование проводят повторными операциями, установленными в 9.4.5 – 9.4.9 включительно. Вместо 25 см^3 используют 15 см^3 диэтилового эфира (см. 5.5) и 15 см^3 петролейного эфира (см. 5.6). Применяя диэтиловый эфир, также промывают внутренние стенки горловины колбы для экстрагирования жиров.

По необходимости, слегка приподнимают уровень взаимодействия к середине стержня колбы, осторожно добавляя воды сбоку от колбы (см. Рисунок 1) для облегчения более полного последнего декантирования растворителя (см. Рисунок 2).



1 – растворитель; 2 - интерфейс (взаимодействие); 3 - водный слой; a - при втором и третьем экстрагировании; b - при первом экстрагировании

Рисунок 1 – До декантирования



1 - интерфейс (взаимодействие); 2 - водный слой; a - при втором и третьем экстрагировании; b - при первом экстрагировании

Рисунок 2 – После декантирования

9.4.13 Проводят третье экстрагирование без добавлений этанола, вновь повторяя операции, установленные в 9.4.5 до 9.4.9 включительно. Вновь используют только 15 см^3 диэтилового эфира (см. 5.5) и 15 см^3 петролейного эфира (5.6). При помощи диэтилового эфира промывают внутреннюю часть горловины колбы для экстракции жиров вновь.

По необходимости, слегка приподнимают уровень взаимодействия к середине стержня колбы, осторожно добавив воды сбоку от колбы (см. Рисунок 1) для облегчения более полного последнего декантирования растворителя (см. Рисунок 2).

ПРИМЕЧАНИЕ Третья экстракция может быть опущена для продуктов с содержанием жиров менее 5 % массовой доли (сухого вещества).

9.4.14 Удаляют растворители (включая этанол), по возможности полностью из сосуда для сбора жиров посредством дистилляции при помощи колбы конической или для кипячения, или посредством выпаривания, используя мензурки или посуды (см. 6.3). Промывают внутреннюю часть горловины конической колбы небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.7) перед началом дистилляции.

9.4.15 Разогревают сосуд для сбора жиров, с колбой конической или для кипения, помещенной набок для улетучивания испарений растворителя, в сушильной печи (см. 6.4) при температуре 102 °С в течение 1 ч. Удаляют сосуд для сбора жиров из печи и проверяют на чистоту жир. Если жир не чистый, сосуд для сбора жиров защищают от попадания пыли и остужают (желательно не в десикаторе) до температуры весовой комнаты (стеклянный сосуд для сбора жиров, по меньшей мере, в течение 1 ч, металлическую посуду, по меньшей мере, 30 мин).

Не вытирают сосуд для сбора жиров перед взвешиванием. Для размещения сосуда для сбора жиров на весы, используют держатели (см. 6.13). Взвешивают сосуд для сбора жиров с точностью до 1,0 мг.

9.4.16 Разогревают сосуд для сбора жиров с колбой для кипения или конической, помещенной набок для улетучивания испарений растворителя, в сушильной печи (см. 6.4) при температуре 102 °С в течение 30 мин. Остужают и повторно взвешивают, как установлено в 9.4.15. При необходимости, повторяют нагревание и процедуру взвешивания до тех пор, пока масса сосуда для сбора жиров не уменьшится на 1,0 мг или менее, или увеличится между двумя последовательными взвешиваниями. Записывают минимальную массу, как массу сосуда для сбора жиров и экстрагированного вещества.

10 Обработка результатов

10.1 Вычисляют содержание жиров, w_f, выраженное в процентах массовой доли образца, по Формуле (1):

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

где m_0 - масса рабочей части (см. 9.1), г;

m_1 - масса сосуда для сбора жиров и экстрагированного вещества, определенного в 9.4.16, г;

m_2 - масса приготовленного сосуда для сбора жиров (см. 9.3), г;

m_3 - масса сосуда для сбора жиров в контрольном испытании (см. 9.2) и экстрагированных веществ, определенных в 9.4.16, г;

m_4 - масса сосуда для сбора жиров (см. 9.3), использованного в контрольном испытании (см. 9.2), г.

10.2 Округляют результат до двух десятичных.

11 Точность

11.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторного испытания в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6.*

Показания пределов сходимости и воспроизводимости соответствуют доверительной вероятности 95 % и не могут применяться к диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных.

11.2 Сходимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученная при помощи одинакового метода на идентичном испытательном материале в одной лаборатории, одним оператором с применением одного оборудования за короткий промежуток времени, будет не более 5 % случаев превышать:

- 0,05 % для жидких продуктов;
- 0,01 % для продуктов с содержанием жиров $\leq$ 5 % массовой доли;
- 0,2 % для продуктов с содержанием жиров более 5 % массовой доли.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученная при применении одинакового метода на идентичном испытательном материале в разных лабораториях разными операторами, применявшими разное оборудование, будет не более 5 % случаев превышать

- 0,1 % для жидких продуктов;
- 0,2 % для продуктов, с содержанием жиров $\leq$ 5 % массовой доли;
- 0,4 % для продуктов, с содержанием жиров более 5 % массовой доли;

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) информацию, необходимую для полной идентификации образца;

б) метод отбора образцов;

в) ссылку на используемый метод испытаний, а также на настоящий стандарт;

г) все рабочие детали, не установленные в настоящем стандарте, или считающиеся необязательными, вместе с деталями инцидентов, которые могли повлиять на результат испытаний;

д) все введенные поправки, если показатель более 2,5 мг был получен в контрольном испытании для этого метода;

е) полученный результат испытаний, или в случае проверки сходимости, последний полученный приведенный результат.

Приложение А
(информационное)

Примечания по процедурам

А.1 Контрольное испытание для проверки реактивов (см 9.2.2).

В настоящем контрольном испытании следует использовать сосуд для сбора жиров для контроля массы, чтобы изменения в атмосферном состоянии весовой комнаты или воздействия температуры сосуда для сбора жиров не показывали ложного наличия или отсутствия нелетучих веществ в экстракте реактивов. Сосуд для сбора жиров может применяться в качестве сосуда противовеса в случае применения двучашечных весов. Иначе, следует учесть отклонения очевидной массы (m_3-m_4 в 10.1) сосуда для сбора жиров для контрольных целей при проверке массы сосуда для сбора жиров, использованного для контрольного испытания. Таким образом, изменения в очевидной массе сосуда для сбора жиров, поправленного для очевидного изменения в массе сосуда для сбора жиров для контрольных целей, не должны показывать увеличения в массе более 1,0 мг.

Очень редко растворители могут содержать летучие вещества, сохраняющиеся в жирах. При наличии указаний на присутствие таких веществ, проводятся контрольные испытания на всех реактивах и для каждого растворителя, использующего сосуд для сбора жиров с почти 1 г безводного жирного масла. По необходимости, повторно дистиллируют растворители с наличием 1 г безводного жирного масла на 100 см³ растворителя. Растворители используют сразу после повторной дистилляции.

А.2 Контрольное испытание, проводимое одновременно с определением (см. 9.2.1)

Значение, полученное в контрольном испытании, проводимом одновременно с определением, способствует корректировке присоединенной массы веществ, экстрагированных из рабочей части (m_1-m_2), на наличие летучих веществ, полученных из реактивов, и также на изменения атмосферных условий весовой комнаты и температурной разницы сосуда для сбора жиров и весовой комнаты при двух взвешиваниях (см. 9.4.16 и 9.3).

При благоприятных условиях (низкого значения в контрольном испытании на реактивы, постоянной температуры весовой комнаты, достаточного времени охлаждения для сосуда для сбора жиров), значение, как правило, будет менее 1,0 мг, и может быть игнорировано при вычислении в случае стандартных определений. Слегка завышенные значения (положительные и отрицательные) до 2,5 мг также встречаются часто. После корректировки этих значений, результаты будут точные. Корректировки более 2,5 мг должны указываться в протоколе испытаний (см. Раздел 12).

Если значение, полученное в настоящем контрольном испытании, регулярно превышает 1,0 мг, реаты следует проверить, если в последнее

время не проводилось проверок. Любой нечистый отслеживаемый реактив или реактивы должны быть заменены или очищены (см. 9.2.2 и А.1).

А.3 Испытания на наличие пероксидов (перекиси)

Для проведения испытаний на наличие пероксидов, добавляют 1 $см^3$ свежего приготовленного раствора иодида калия 100 $г/дм^3$ к 10 $см^3$ диэтилового эфира (см. 5.5) в маленький цилиндр со стеклянной пробкой, предварительно промытый эфиром. Встряхивают цилиндр и дают отстояться в течение 1 мин. В слое диэтилового эфира не должен наблюдаться желтый цвет.

Допускается применение других соответствующих методов испытаний на наличие пероксидов.

Для обеспечения отсутствия пероксидов в диэтиловом эфире и для поддержания этого состояния, следует обрабатывать диэтиловый эфир, по меньшей мере, предварительно за 3 дня, перед применением, следующим образом:

- нарезают цинковую фольгу на полоски, размером наполовину объема бутыля с диэтиловым эфиром, используя приблизительно 8 000 $мм^2$ цинковой бумаги на литр диэтилового эфира;

- перед началом использования, полностью погружают полоски фольги на 1 мин в раствор, содержащий 10 г пентагидрата сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) л концентрированного (98 % массовой доли) серной кислоты на литр. Осторожно, но тщательно промывают полоски водой, помещают влажные омеднённые (покрытые медью) полоски в бутыль, содержащая эфир, и оставляют полоски в бутыле.

Допускается применение других методов, при условии, что они не влияют на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

Диэтиловый эфир, содержащий около 1 мг антиоксидантов на килограмм, доступен в продаже в некоторых странах, особенно для определений жиров. Настоящее содержание не исключает его применение для стандартных целей.

В других странах диэтиловый эфир с более высоким содержанием антиоксидантов, к примеру, до 7 мг/кг доступен в продаже. Такой эфир должен применяться только для стандартных определений с проведением обязательного контрольного испытания, проводимого одновременно с определением для корректировки систематических погрешностей вследствие антиоксидантного осадка. Для стандартных целей, такой диэтиловый эфир должен всегда дистиллироваться перед применением.

А.5 Этанол

Этанол, денатурированный иначе, чем посредством добавления метанола, может применяться, при условии, что денатурирующее средство не влияет на результат определения.

Приложение Б
(информационное)

Альтернативная процедура с применением пробирок для экстракции жиров с сифоновыми и промывающими бутыли фитингами

Б.1 Общие положения

При применении пробирок для экстрагирования жиров с сифоновыми фитингами или фитингами для промывания, используется процедура, установленная в настоящем приложении. Пробирки следует обеспечить пробками хорошего качества или заглушками (затычками), как установлено для колб в 6.6 (см. Рисунок Б.1 в качестве примера).

Б.2 Процедура

Б.2.1 Приготовление испытательного образца

См. Раздел 8

Б.2.2 Рабочая часть

Продолжают, как установлено в 9.1, но с применением пробирок для экстрагирования жиров (см. Примечание к 6.6 и Рисунок Б.1).

Рабочая часть доставляется, по возможности, полнее ко дну пробирки для экстрагирования жиров.

Б.2.3 Контрольное испытание

См. 9.2 и А.2

Б.2.4 Приготовление сосуда для сбора жиров

См. 9.3

Б.2.5 Определение

Б.2.5.1 Определение следует проводить незамедлительно.

По необходимости, добавляют предварительно нагретую воду при температуре (65 ± 5) °С к рабочей части в пробирку для экстрагирования жиров (см. Б.2.2) для получения общего объема от 10 до 11 см^3. Применяют воду для промывки рабочей части на дне пробирки. Осторожно встряхивают, слегка подогревая в водяной бане (см. 6.5), поддерживаемой при температуре от 40 °С до 60 °С до полного диспергирования рабочей части.

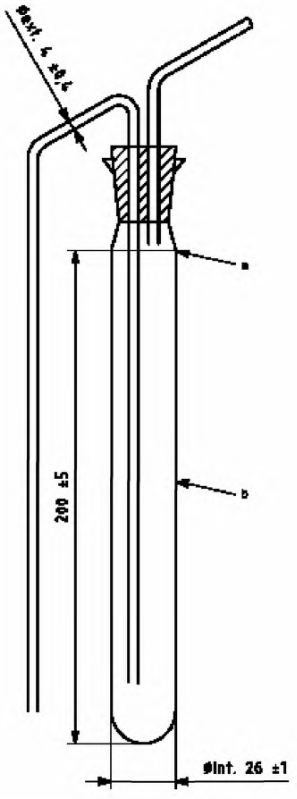
Б.2.5.2 Добавляют 2 см^3 раствора аммиака (см. 5.2) к рабочей части в пробирку для экстрагирования жиров (см. Б.2.5.1) или эквивалентный раствор более концентрированного раствора аммиака (см. Примечание к 5.2). Тщательно смешивают с предварительно обработанной рабочей частью на дне пробирки для экстрагирования жиров.

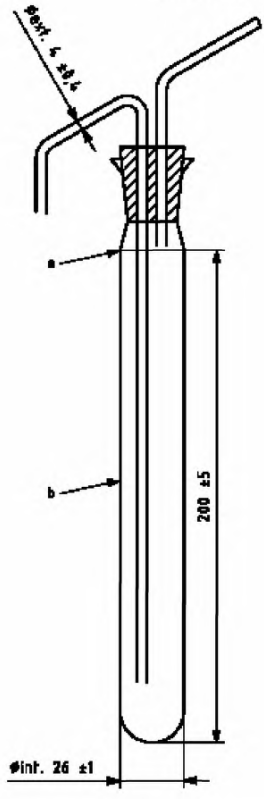
Б.2.5.3 Разогревают пробирку до температуры 65 °С в водяной бане (см. 6.5) от 15 до 20 мин, изредка взбалтывая (необязательно при случаях жидких продуктов). Охлаждают в проточной воде до комнатной температуры.

Б.2.5.4 Добавляют 10 см^3 этанола (см. 5.3). Осторожно, но тщательно смешивают со смесью на дне пробирки для экстрагирования жиров. Рекомендуется добавлять 2 капли раствора Конго красного (см. 5.4).

Размеры в миллиметрах

Dimensions in millimetres





а) с сифоновым фитингом б) с промывочным фитингом

a - объем до настоящего уровня с фитингами перемещен (105 ± 5) см^3; b - толщина стенок (1,5 ± 0,5) мм.

Рисунок Б.1. Примеры пробирок для экстрагирования жиров

Б.2.5.5 Добавляют 25 см^3 диэтилового эфира (см. 5.5). Закрывают пробирку для экстрагирования жиров пробкой, смоченной в воде, или затычкой из другого материала, увлажненной водой (см. 6.6). Энергично, но не чрезмерно, встряхивают пробирку повторяющимися движениями в

течение 1 мин, во избежание образования постоянных эмульсий. По необходимости, охлаждают пробирку в проточной воде. Осторожно снимают пробку или затычку и промывают ее и горловину пробирки небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.7). Применяют промывочную бутыль (см. 6.8) так, чтобы промывочная вода стекала в пробирку.

Б.2.5.6 Добавляют 25 $см^3$ петролейного эфира (см. 5.6). Закрывают пробирку для экстрагирования жиров повторно увлажненной пробкой или затычкой (при помощи погружения в воду). Пробирку энергично встряхивают в течение 30 с, как приведено в В.2.5.5.

Б.2.5.7 Закрытую пробирку проводят через центрифугу для экстрагирования жиров от 1 до 5 мин при радиальном ускорении от 80 до 90 $м/с^2$. Если центрифугирование (см. 6.2) недоступно, закрытую пробирку отстаивают в штативе (см. 6.7), по меньшей мере, в течение 30 мин, пока всплывающий слой не станет чистым и отчетливо не отделяется от водного слоя. По необходимости, охлаждают пробирку в проточной воде до температуры от 18 °С от 23 °С.

Б.2.5.8 Осторожно снимают пробку или затычку и промывают ее и горловину пробирки для экстрагирования жиров небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.7). Применяют промывочную бутыль (6.8) так, чтобы промывочная вода стекала в пробирку.

Б.2.5.9 Устанавливают сифоновый фитинг или промывочный фитинг в пробирку для экстрагирования жиров. Проталкивают длинную внутреннюю часть фитинга до тех пор, пока впускное отверстие не будет на 4 мм выше интерфейса между слоями. Внутренняя часть фитинга должна быть параллельна оси пробирки для экстрагирования жиров.

Осторожно перемещают всплывающий слой из пробирки для экстрагирования жиров (см. 9.3), содержащий немного вспомогательного средства для кипения (см. 6.10) в случае кипения или конические колбы (необязательно для металлической посуды). Следует избегать переливания водного слоя. Промывают вывод фитинга небольшим количеством растворителя, собирая промывочную воду в сосуд для сбора жиров.

ПРИМЕЧАНИЕ Всплывающий слой может быть вытеснен из пробирки для экстрагирования жиров, к примеру, при помощи резиновой колбы, прикрепленной к короткому стержню для применения давления.

Б.2.5.10 Освобождают фитинг от горловины пробирки для экстрагирования жиров. Слегка приподнимают фитинг и промывают нижнюю часть длинной внутренней части небольшим количеством смешанного растворителя (см. 5.7). Опускают и повторно устанавливают фитинг и переливают промывочную воду в сосуд для сбора жиров.

Промывают внешний вывод фитинга небольшим количеством смешанного растворителя вновь, собирая промывочную воду в сосуд для сбора жиров. Допускается удаление растворителя или его части из сосуда для

сбора жиров при помощи дистилляции или выпаривания, как установлено в 9.4.14.

Б.2.5.11 Вновь освобождают фитинг от горловины. Слегка приподнимают фитинг и добавляют 5 $см^3$ этанола к содержанию пробирки для экстрагирования жиров. Применяют этанол для промывания длинной внутренней части фитинга. Смешивают, как описано в Б.2.5.4

Б.2.5.12 Проводят второе экстрагирование при помощи повторных операций, описанных Б.2.5.5-Б.2.5.10. Вместо 25 $см^3$ используют 15 $см^3$ диэтилового эфира (см. 5.5) и 15 $см^3$ петролейного эфира (см. 5.6). Применяя диэтиловый эфир, промывают длинную внутреннюю часть фитинга при удалении фитинга из пробирки для экстрагирования жиров после предыдущего экстрагирования.

Б.2.5.13 Проводят третье экстрагирование без добавления этанола, повторяя операции, приведенные в Б.2.5.5 – Б.2.5.10. Вновь используют 15 $см^3$ диэтилового эфира и 15 $см^3$ петролейного эфира. При помощи диэтилового эфира промывают длинную внутреннюю часть фитинга, как приведено в Б.2.5.12.

ПРИМЕЧАНИЕ Третье экстрагирование необязательно для продуктов, имеющих содержание жиров с массовой долей менее 5 % на основе сухого вещества.

Б.2.5.14 Продолжают, как установлено в 9.4.14-9.4.16.

УДК 637.144:637.041:543.557:637.071:071:543:006.354(574)
МКС 67.100.99

Ключевые слова: продукты детского питания на основе молока, сухое вещество, содержание жира, экстрагирование, раствор, реактив, дистилляция, сосуд для экстрагирования жиров, испарение

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) 240074

gost.e-ecolog.ru