ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СЛИВКИ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)

СТ РК ИСО 2450-2011

ISO 2450-2008 «Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)», IDT

Издание официальное

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии», Техническим комитетом по стандартизации № 69 «Инновационные технологии инфраструктуры»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 17 ноября 2011 года № 623-од

3 Настоящий стандарт идентичен ISO 2450-2008 «Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)» (ИСО 1211 «Сливки. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)»). Официальной версией является текст на государственном и русском языке

Международный стандарт был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 34 Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5 Молоко и молочные продукты, совместно с IDF и ISO

Перевод с английского языка (en)

Степень соответствия – идентичная, IDT

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2016 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 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 решения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СЛИВКИ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)

Дата введения 2012-07-01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Применение настоящего стандарта может быть сопряжено с опасными материалами, технологическими операциями и оборудованием. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение задач безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение безопасности и здравоохранения и определяет применимость нормативно-правовых границ до его использования.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод для определения содержания жира в сырых, переработанных и сквашенных сливках, в которых не произошло никакого значительного отделения или расслоения жира вследствие расщепления жиров.

Метод не применим для сквашенных сливок с крахмалом или другими загустителями.

ПРИМЕЧАНИЕ Если метод не применим, или когда происходит отделение или расслоение жиров, подходит метод, использующий принцип Вейбулла-Бернтропа [3].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

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.

ISO 835:2007* Laboratory glassware - Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные).

ISO 1042:1998* Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой).

ISO 3889:2006* Milk and milk products - Specification of Mojonnier-type fat extraction flasks (Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Колбы типа Можонье для экстракции жира).

ISO 4788:2005* Laboratory glassware - Graduated measuring cylinders (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Нормативные документы по стандартизации», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9*

указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. 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 применяются следующий термин с соответствующим определением:

Содержание жира в сливках (fat content of cream): Массовая доля веществ, определенная по методу, описанному в настоящем стандарте.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира выражается как массовая доля, в процентах.

4 Сущность метода

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

ПРИМЕЧАНИЕ Метод известен как принцип Розе-Готлиба.

5 Реактивы

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

Реактивы не должны оставлять значительные осадки при проведении определения с помощью указанного метода (9.2.2).

5.1 Раствор аммиака, массовая доля NH_3 приблизительно 25% [ρ_{20} = 910 г/л].

ПРИМЕЧАНИЕ Если нет в наличии аммиачного раствора такой концентрации, можно использовать более концентрированный раствор (9.4.2).

5.2 Этанол (C_2H_5OH) или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола минимум 94 %. (А.5).

5.3 Раствор Конго красный

Растворяют 1 г Конго красного ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл (6.14). Разбавляют до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Применение данного раствора, который позволяет четко видеть границу раздела между слоями растворителя и воды, необязательно (9.4.3). Могут применять другие водные цветные растворы, если они не оказывают влияния на результат определения.

5.4 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), свободный от перекиси водорода (А.3), содержащий не более 2 мг/кг антиоксидантов, и соответствующий требованиям контрольного испытания (9.2.2, А.1 и А.4).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Необходимо соблюдать меры предосторожности при обращении, применении и удалении.

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

Использование пентана рекомендуется из-за высокой чистоты и стабильного качества.

5.6 Растворитель смешанный. Перед применением смешать в равных объемах диэтиловый эфира (5.4) и петролейный эфира (5.5).

6 Аппаратура

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Вся работающая электрическая аппаратура должна соответствовать правилам безопасности при использовании таких растворов, так как при определении используются огнеопасные летучие растворители.

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

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

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

Центрифуга используется по выбору, но ее применение рекомендовано (9.4.6).

6.3 Аппарат для перегонки или выпаривания, для перегонки растворителей и этанола из колб для перегонки или конической колбы, или выпаривания из стаканов или чаш (9.4.13)при температуре не выше 100 °С.

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

Шкаф должен быть оснащен соответствующим термометром.

6.5 Водяная баня, поддерживающая температуру от 35 °С до 50 °С.

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

ПРИМЕЧАНИЕ Возможно применять пробирки для экстрагирования жира, с сифоном или приспособлением для промывания, но в этом случае методика будет отличается. Альтернативная процедура описана в Приложении В.

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

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

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

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

Если применяются металлические чаши, они должны быть изготовлены из нержавеющей стали, плоскодонными, диаметром от 80 мм до 100 мм и высотой

приблизительно 50 мм.

6.10 Материал, облегчающий кипение, обезжиренный, из непористого фарфора, кремниевого карбида или стекла (по выбору - при использовании металлических чаш).

6.11 Цилиндры мерные вместимостью от 5 мл до 25 мл, соответствующие требованиям ISO 4788, класс А, или любой другой аппарат, соответствующий для указанного продукта.

6.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 мл, соответствующие требованиям ISO 835, класс А.

6.13 Держатели, изготовленные из металла, для держания колб, лабораторных стаканов или чаш.

6.14 Колбы мерные, с одной меткой, вместимостью 100 мл, соответствующие требованиям ISO 1042, класс А.

7 Отбор проб

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

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

Лабораторные пробы хранят при температуре от 2 °С до 6 °С со времени осуществления отбора проб до времени начала процедуры.

8 Подготовка образцов для испытаний

Испытуемую пробу при необходимости нагревают для испытания до температуры от 35 °С до 40 °С на водяной бане (6.5). Тщательно, но осторожно перемешивают пробу, не вызывая вспенивания или взбалтывания сливок, постоянно переворачивая емкость для проб или, если сливки слишком густые, перемешивают шпателем и быстро охлаждают приблизительно до 20 °С.

Сквашенные сливки подогревать не нужно, но необходимо тщательно размешать.

Взбитые сливки не нужно охлаждать, поскольку они должны быть взвешены при температуре от 30 °С до 40 °С (9.1).

ПРИМЕЧАНИЕ Действительное значение содержания жира нельзя получить, если:

a) присутствует отчетливый запах свободной жирной кислоты;

b) во время или после подготовки образца для испытаний, видны белые частицы на стенах емкости для проб или капли жира плавают на поверхности образца.

В таких случаях подходит метод, использующий принцип Вейбулла-Бернтропа [3].

9 Проведение испытаний

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если необходимо проверить соблюдается ли предел повторяемости (11.2), выполните два единичных определения в соответствии с 9.1 - 9.4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Альтернативная процедура, использующая пробирки для экстрагирования жира с сифонным или промывочным оборудованием (Примечание к 6.6), приводится в Приложении В.

9.1 Испытуемая проба

Перемешивают или вращают пробу (Раздел 8), осторожно переворачивая флакон несколько раз. Незамедлительно взвешивают от 0,3 г до 0,6 г испытуемой пробы

непосредственно или путем вычитания в колбе для экстракции жира (6.6) (в зависимости от содержания жира в сливках) с точностью до 1 мг.

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

9.2 Контрольные испытания

9.2.1 Контрольное испытание для метода

Контрольное испытание выполняют одновременно с анализом пробы, используя тот же метод и те же реактивы, но заменяя испытуемую пробу в 9.4.1 на 10 мл воды (А.2).

Когда анализируется партия проб для испытания, число циклов сушки может отличиться между различными пробами. Если используется бланковая проба для всей партии, необходимо убедиться, что значение для бланковой пробы, используемое в расчете содержания жира любой отдельной пробы, было получено в тех же условиях, что и отдельная проба для испытания

Если значение, полученное при проведении контрольного испытания, постоянно превышает 1,0 мг, следует проверить реактивы, если это не было сделано заранее (9.2.2). Поправки более 2,5 мг должны быть отмечены в протоколе испытаний.

9.2.2 Контрольное испытание для проверки для реактивов

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

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

Очень редко, растворители могут содержать летучее вещество, которое остается в жире в большом количестве. Если существуют признаки присутствия таких веществ, выполните контрольный опыт на всех реактивах и для каждого растворителя, используя емкость для сбора жидкости приблизительно с 1 г безводного молочного жира. В случае необходимости, повторно перегоняют растворители с 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Используют растворители только сразу после повторной прогонки.

Некачественные реактивы, растворители или реактивы после повторной перегонки необходимо заменить.

9.3 Подготовка сборников для жира

Сушат емкость для сбора жира (6.9) с добавлением материала, облегчающего кипения(6.10) в сушильном шкафу(6.4), при температуре 102 °С в течение 1 часа.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Материалы, облегчающие кипение, необходимы, чтобы поддерживать плавное кипение во время последующего удаления растворителей, особенно если используется стеклянные емкости для жира; их применение с металлическими чашами – по выбору.

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

Екость для сбора жира в эксикатор н следует помещать, чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерно длительного времени охлаждения.

Чтобы поместить емкость для сбора жира на весы используют щипцы. Емкость для сбора жира взвешивается с точностью до 1,0 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Предпочтительно использовать держатели, чтобы избежать, в частности, температурных измерений.

9.4 Определение

9.4.1 Без промедления выполняют испытание.

Добавляют в колбу для экстрагирования жира (9.1) к испытуемой пробе воду температурой 50 °С чтобы получить суммарный объём от 10 мл до 11 мл. Используют воду, для промывания пробы в малую емкость колбы для экстрагирования жира. Тщательно перемешивают с испытуемой пробой в малом сосуде колбы для экстрагирования. Охладите в проточной воде до комнатной температуры.

9.4.2 Добавляют к испытуемой пробе (9.4.1) 2 мл раствора аммиака (5.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака (Примечание к 5.1). Тщательно перемешивают с испытуемой пробой в малом сосуде колбы для экстрагирования.

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

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

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

9.4.5 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.5). Закрывают колбу для экстрагирования повторно увлажненной пробкой или заглушкой. Осторожно смешивают в течении 30 секунд, как описано в 9.4.3. Продолжайте встряхивать, как указано в 9.4.4.

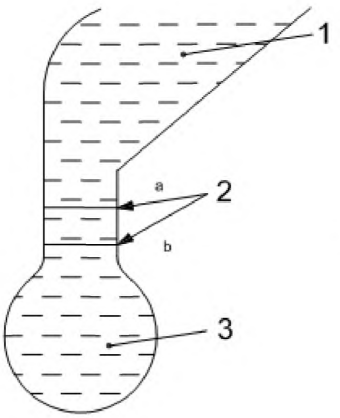
9.4.6 Центрифугируют закрытую колбу для экстрагирования жира в течение от 1 минуты до 5 минут с ускорением от 80 г до 90 г. Если нет центрифуги (6.2), следует поставить закрытую колбу на подставку (6.7), и выдержать 30 минут до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от слоя воды. При необходимости, охладите колбу в проточной воде до комнатной температуры.

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

ПРИМЕЧАНИЕ На Рисунках 1 и 2, выбран один из трех типов колб для экстрагирования жира, описанных в ISO 3889, но это не означает его преимущества перед другим типам.

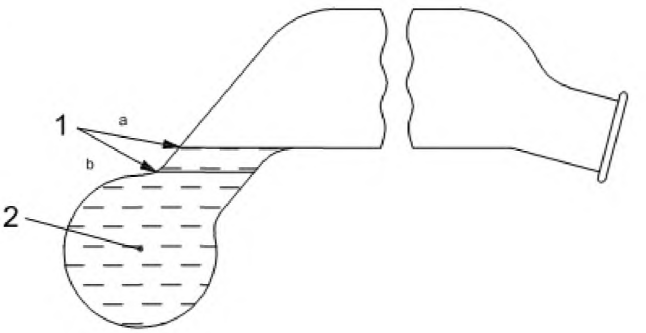
9.4.8 Удерживая колбу с помощью держателя, тщательно декантируют поверхностный слой из колбы для перегонки или конической колбы в приготовленную емкость для сбора жира (9.3), содержащий несколько вспомогательных средств для выпарки (6.10), (растворитель Рисунок 1). Необходимо избегать декантации какого-либо

водного слоя (Рисунок 2).



Условные обозначения:
1 растворитель
2 граница между двумя жидкостями
3 водный слой
[a] При второй и третьей экстракции.
[b] При первой экстракции.

Рисунок 1 - Перед декантированием



Условные обозначения
1 граница между двумя жидкостями
2 водный слой

[a] При второй и третьей экстракции.
[b] При первой экстракции.

Рисунок 2 - После декантирования

9.4.9 Ополаскивают наружную поверхность горловины колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Промывную жидкость собирают в емкость для сбора жира. Необходимо избегать растекания смешанного растворителя по наружной поверхности колбы. По желанию, можно удалить растворитель или его часть его из емкости для сбора жира при перегонке или выпаривании, как описано в 9.5.13.

9.4.10 Добавьте 5 мл этанола (5.2) к содержимому колбы для экстрагирования жира. Используя этанол ополаскивают внутреннюю часть горлышка колбы и смешивают, как указано в 9.4.3.

9.4.11 Второе экстрагирование выполняют, повторяя операции, с 9.4.4 по 9.4.9 и добавляют вместо 25 мл диэтилового эфира (5.4) только 15 мл, а также 15 мл петролейного эфира (5.5). При использовании диэтилового эфира, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы для экстрагирования жира.

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

9.4.12 Третье экстрагирование выполняют без дополнения этанола, повторяя операции, описанные в 9.4.4 по 9.4.9. Используют только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). Используя диэтиловый эфир, ополаскивают внутреннюю сторону горловины колбы для экстрагирования жира.

При необходимости слегка поднимают границу раздела до середины основания колбы, осторожно добавляя воду по уклону стенки колбы (Рисунок 1), чтобы облегчить

декантацию раствора (Рисунок 2).

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

9.4.14 Емкость для сбора жира (колбу для перегонки или коническую колбу) помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф (6.4) при температуре 102 °С и выдерживают 1 час (для улетучивания паров растворителей). Извлекают емкость для сбора жира из сушильного шкафа и немедленно проверяют, будет ли жир чистый. Если жир предполагает наличие посторонних примесей, всю процедуру следует повторить. Если жир чист, защищают емкость от пыли и охлаждают до температуры весовой комнаты (стеклянную емкость для сбора жира - примерно 1 час, металлическую чашу - минимум 30 минут).

Не следует протирать емкость для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Для установления емкости на весы (6.1) используют держатели (6.13). Взвешивают емкость с точностью до 1,0 мг.

9.4.15 Емкость для сбора жира колбу для перегонки или коническую колбу, помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф (6.4) при температуре 102 °С и выдерживают 30 минут. Охлаждают и взвешивают повторно, как указано в 9.4.14. При необходимости повторяют нагревание и взвешивание пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями не уменьшится до 1,0 мг или начнет увеличиваться. Записывают минимальную массу как массу емкости для сбора жира и экстрагируемого вещества.

10 Обработка и представление результатов

10.1 Обработка результатов

Рассчитывают содержание жира в пробе, w_F, выраженное как процент массовой доли пробы, используя Формулу (1):

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

где m_0 - масса испытуемой пробы (9.1), г;

m_1 - масса емкости для сбора жира и экстрагированного вещества, определенная по 9.4.15, г;

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

m_3 - масса емкости для сбора жира, используемая в контрольном опыте (9.2) и какого-либо экстрагируемого вещества, указанного в 9.4.15, г;

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

10.2 Выражение результатов

Результат округляют до двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное определение

Подробности межлабораторного определения прецизионности метода в

соответствии с [2][1] о величине погрешности метода [4].

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

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученным и с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в одной лаборатории одним оператором, на одном оборудовании в течение короткого промежутка времени, недолжна быть более 0,50% не более, чем в 5 % случаев.

ПРИМЕР Абсолютная разность между двумя независимыми результатами для сливок с массовой долей жира 20 % не должна быть более 0,10 г жира в 100 г образца, и эта разность для сливок с массовой долей жира 80 % не должна быть более чем 0,40 г жира в 100 г образца.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в течение короткого промежутка времени не более 1,00 % в не более чем 5 % случаев.

ПРИМЕР Абсолютная разность между результатами двух независимых испытаний для сливок с массовой долей жира 20 % не должна составлять более 0,20 г жира в 100 г образца, и эта разность для сливок с массовой долей жира 80 % не должна составлять более 0,80 г жира в 100 г образца.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать, как минимум, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) метод отбора проб, если он известен;

c) использованный метод со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали, не описанные в настоящем стандарте, или не обязательные, вместе с подробностями любых непредвиденных случайностей, которые могут повлиять на результат(ы) анализа;

e) внесение поправки, если в контрольном опыте получено значение, более 2,5 мг;

f) полученные результат(ы); или окончательный заявленный результат, если была проверена повторяемость.

[1] Стандарт ISO 5725:1986 (уже сейчас устаревший) использовался для получения точных данных.

Приложение А
(*информационное*)

Примечания к процедурам

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

При проведении контрольного испытания для контроля массы должна быть использована такая емкость для сбора жира, чтобы из-за изменений в атмосферных условиях весовой комнаты или отсутствие нелетучего вещества в экстракте реагентов. Такая емкость для сборки жира, может быть использована как уравновешивающая емкость, если используются весы, имеющие две чаши. В противном случае должно учитываться отклонение массы (m_3 - m_4 в 10.1) емкости для сборки жира при контроле, если в контрольном опыте проводится проверка массы емкости для сбора жира. Поэтому изменение массы емкости для сбора жира, скорректированной по изменению массы емкости для сбора жира при контрольном методе, не должно превышать 1,0 мг.

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

А.2 Контрольной опыт, выполняемый одновременно с определением (Раздел 9.2.1)

Значение, полученное при проведении контрольного испытания, выполняемого одновременно с определением, дает возможность корректировать присоединенную массу веществ, экстрагированных из испытуемой пробы (m_1 - m_2), с учетом присутствия любого нелетучего вещества, полученного из реактивов, а также любого изменения атмосферных условий в весовой комнате при двух взвешиваниях (9.4.15 и 9.3)

При благоприятных условиях (низкое значение, полученное в контрольном методе при проверке реактивов, постоянная температура весовой комнаты, достаточное время охлаждения емкости для сбора жира) это значение будет менее 1,0 мг и может быть проигнорировано в расчете в случае постоянных определений.

Немного завышенные значения (положительные или отрицательные) до 2,5 мг также часто не принимают в расчет. После корректировки таких значений результаты будут точными. Если вносятся поправки более 2,5 мг, то это должно быть отмечено в протоколе испытаний (Раздел 12).

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

А.3 Исследование на наличие перекисей

Для исследования перекисей необходимо к 10 мл диэтилового эфира (5.4) в малый стеклянный цилиндр с притертой пробкой, предварительно промытый эфиром, добавляют 1 мл свежеприготовленного раствора йодида калия концентрацией 100 г/л. Встряхивают цилиндр и оставляют на 1 минуту. Слой диэтилового эфира не должен при этом желтеть.

Для определения перекисей могут быть использованы другие методы.

Чтобы гарантировать, что диэтиловый эфир свободен от перекисей, необходимо обработать диэтиловый эфир применением следующим образом.

Разрезают цинковую фольгу на полоски, которыми заполнят наполовину бутыль, содержащую диэтиловый эфир, используя приблизительно 8000 мм^2 фольги на 1 литр диэтилового эфира.

Перед использованием полностью погружают полоски фольги на 1 минуту в раствор, содержащий 10 г пятиводного сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и 2 мл концентрированной серной кислоты (98 % массовой доли) на 1 литр. Осторожно, но полностью промывают полоски водой, помещают мокрые покрытые медью полоски в бутыль, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют полоски в бутыли.

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

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

В некоторых странах применяют диэтиловый эфир, содержащий около 1 мг антиоксидантов на килограмм, который главным образом используется для определения жира. Настоящая информация не исключает его использование в качестве справочной информации.

Иногда применяется диэтиловый эфир с более высоким содержанием антиоксидантов, например до 7 мг/кг. Такой эфир должен применяться в постоянных определениях с обязательным контрольным определением, выполняемым одновременно с определением, чтобы исправить систематические погрешности из-за осадков антиоксидантов. В качестве справочной информации, такой диэтиловый эфир всегда следует перегонять перед использованием.

А.5 Этанол

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

Приложение В
(*информационное*)

Альтернативная процедура, использования пробирки для экстракции жира с фитингами для сифона и промывной емкости

В.1 Общие положения

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

В.2 Методика

В.2.1 Приготовление испытуемой пробы

См. Раздел 8.

В.2.2 Испытуемая проба

Подготавливают, как описано в 9.1, используя пробирки для экстракции жира (Примечание к 6.6 и В.1). Испытуемая проба должна быть помещена на дно пробирки для экстракции жира.

В.2.3 Контрольный опыт

См. 9.2 и А.2.

В.2.4 Подготовка емкости для сбора жира

См. 9.3.

В.2.5 Определение

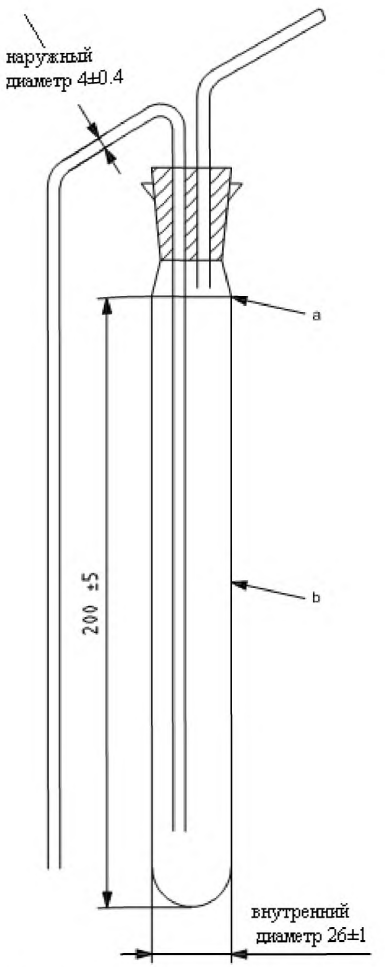
В.2.5.1 Измерение выполняют незамедлительно.

Добавить воду температурой примерно 50 °С в испытуемую пробу в пробирку для экстракции жира (В.2.2) для получения общего объема, составляющего от 10 мл до 11 мл. Используют воду для промывки испытуемой пробы в небольшой пробирке для экстракции жира. Тщательно перемешивают с пробой в небольшой колбе. Охлаждают в проточной воде до комнатной температуры.

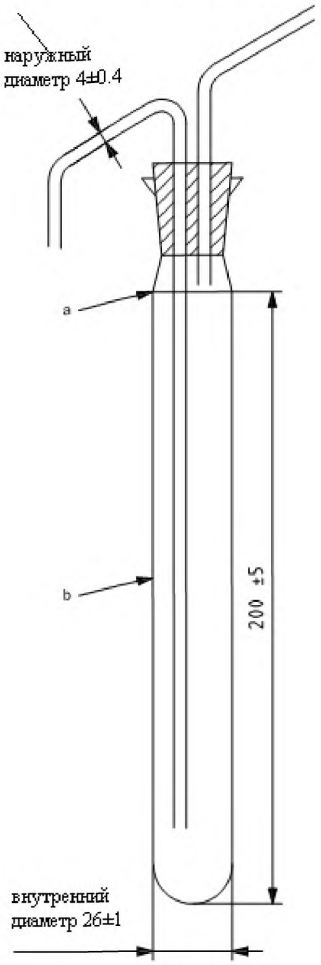
В.2.5.2 Добавляют 2 мл раствора аммония (5.1) к испытуемой пробе в пробирку для экстракции жира (В.2.5.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммония (Примечание к Разделу 5.1). Тщательно перемешивают с предварительно обработанной испытуемой пробой на дне пробирки для экстракции жира.

В.2.5.3 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно смешивают со смесью в пробирке для экстракции жира. При желании добавляют 2 капли раствора Конго красного (5.3).

Размеры приведены в миллиметрах



a) С приспособлением для сифона



b) С приспособлением для промывочной емкости

a Вместимость до этого уровня со снятыми фитингами, составляет (105 ± 5) мл.
b Толщина стенки составляет (1,5 ± 0,5) мм.

Рисунок В.1 - Примеры туб для обезжиривания

В.2.5.4 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закрывают пробирку для экстракции жира пробкой, пропитанной водой, или стопором из другого материала, смоченного водой (6.6). Сильно встряхивают пробирку, но не сильно, поворачивая несколько раз в течение 1 минуты, избегая образования стойких эмульсию. При необходимости охлаждают пробирку в проточной воде. Осторожно удаляют пробку или стопор и промывают ее и горловину пробирки небольшим количеством растворителя смешанного (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8), чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.

В.2.5.5 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.5). Закрывают пробирку для экстракции жира повторно увлажненной (окунанием) пробкой или стопором. Осторожно встряхивают пробирку в течение 30 секунд, как описано в В.2.5.4.

В.2.5.6 Обрабатывают на центрифуге (6.2) закрытую пробирку для экстракции жира в течение от 1 до 5 минут при радиальном ускорении, составляющем от 80 г до 90 г. Если нет в наличии центрифуги (6.2), закрытую пробирку оставляют в подставке (6.7) на время не менее 30 минут до тех пор, пока поверхностный слой станет чистым и четко отделится от слоя воды. При необходимости охлаждают пробирку в проточной воде до комнатной температуры.

В.2.5.7 Отсоединяют стопор или пробку и промывают горловину пробирки для экстракции жира небольшим количеством растворителя смешанного (5.6). Используйте промывную емкость (6.8), так чтобы промывка попадала в пробирку.

В.2.5.8 Вставьте приспособление для сифона или приспособление для промывной емкости в пробирку для экстракции жира. Нажимают вниз длинную внутреннюю трубку приспособления пока ввод приблизительно на 4 мм выше границы раздела между слоями. Внутренняя трубка приспособления должна быть параллельна осевой линии пробирки для экстракции жира.

Осторожно переносят поверхностный слой из пробирки для экстракции жира в емкость для сбора жира (9.3), содержащие материалы, облегчающие кипение (6.10), если используются перегонные или конической колбы (можно применять с металлическими чашами). Избегают переноса водного слоя. Промывают выходное отверстие приспособления небольшим количеством растворителя смешанного снова, собирая промывную жидкость в емкость для сборки жира.

ПРИМЕЧАНИЕ Поверхностный слой можно перенести из пробирки для экстракции жира, используя, например, резиновую грушу, прикрепленную к короткому стержню для создания давления.

В.2.5.9 Ослабляют приспособление от горловины пробирки для экстракции жира. Слегка приподнимают приспособление и промывают нижнюю часть его длинного внутреннего сегмента небольшим количеством растворителя смешанного (5.6). Опускают, повторно вставляют приспособление и перемещают промывку в емкость для сбора жира.

Промывают выпускное отверстие приспособления небольшим количеством растворителя смешанного, собирают промывку в емкость для сбора жира. При желании устраняют растворитель или его часть из емкости для сбора жира посредством перегонки или выпаривания, как обусловлено в 9.4.13.

В.2.5.10 Повторно ослабляют приспособление от горловины. Слегка приподнимают приспособление и добавляют 5 мл этанола к содержимому пробирки для экстракции жира. Используют этанол для промывки длинного внутреннего сегмента приспособления. Перемешивают так, как описано в В.2.5.3.

В.2.5.11 Осуществите второе экстрагирование, повторив действия, описанные в В.2.5.4 по В.2.5.9. Вместо 25 мл используйте только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). Используя диэтиловый эфир, промывают длинный внутренний сегмент приспособления во время извлечения приспособления из пробирки для экстракции жира после предварительного экстрагирования.

В.2.5.12 Третье экстрагирование осуществляют без добавления этанола, повторив действия, описанные с В.2.5.4 по В.2.5.9. Повторно используют только 15 мл диэтилового эфира и 15 мл петролейного эфира. Используют диэтиловый эфир, промывают длинный внутренний сегмент приспособления, как описывается В.2.5.11.

В.2.5.13 Продолжают действия, описанные с 9.4.13 по 9.4.15.

Библиография

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

[2] ISO 5725:1986[2] Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность методов испытания. Измерение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытания посредством межлабораторных испытаний)

[3] ISO 8262-3/IDF 124-3 Milk products and milk-based foods. Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 3: Special cases (Молочные продукты и продукты на основе молока. Определение содержания жира посредством весового метода анализа Вейбулла-Бернтропа (Стандартный метод). Часть 3: Особые случаи)

[4] INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Interlaboratory collaborative studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed. 1988, (235) (Международная федерация молочной промышленности. Межлабораторное совместное изучение, Второй выпуск. Бюллетень Международной федерации молочной промышленности, 1988, (235))

[2] Устаревший

УДК 637.11:006.354 **МКС 67.100.10**

Ключевые слова: сливки, определения, содержание жира, гравиметрический метод, посуда лабораторная, контрольные испытания, протокол испытаний

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «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, 793324

gost.e-ecolog.ru