ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері
МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ
Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

Молоко сухое и сухие молочные продукты
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
Гравиметрический метод (Контрольный метод)

ҚР СТ ИСО 1736-2009

ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method), IDT

Ресми басылым

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері

МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

ҚР СТ ИСО 1736-2009

ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method), IDT

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасы Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны 3-тармақта көрсетілген стандарт аудармасы негізінде **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

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

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбеу сызықпен бөлінген қосымша талаптары болатын ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method) (Сүт және сүт өнімдері. Майдың құрамын анықтау. Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі) халықаралық стандартымен бірдей

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының нормалары жүзеге асырылды

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

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

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

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Принцип	3
4	Реактивтер	3
5	Аспаптар	4
6	Сынамаларды іріктеу	5
7	Сынақ үлгісін дайындау	6
8	Өткізу тәртібі	6
9	Нәтижелерді өңдеу	11
10	Дәлдік	11
11	Бақылау нәтижелерін рәсімдеу	12
	А қосымшасы (міндетті) Процедураларға жасалатын ескертпелер	13
	Б қосымшасы (ақпараттық) Бөтелкені жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындау үшін түтікшелер қолданылатын балама процедура	15
	Библиография	19

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері

МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт сүт және сүт өнімдеріне таралады және майдың массалық үлесін анықтаудың гравиметриялық әдісін (бақылау әдісі) белгілейді. Әдіс сондай-ақ майдың массалық үлесі 40 % және одан артық болатын құрғақ сүт, қаймағы алынған құрғақ сүт, құрғақ сарысу, құрғақ іркіт және майды қаймақты былғағаннан кейінгі құрғақ іріткі үшін қолданылады.

Әдіс мүсәтір спиртінде ерімейтін немесе еркін май қышқылдарындағы қатты түйірлер болатын құрғақ сүтке таралмайды.

ЕСКЕРТПЕ Қатты түйірлер болатын құрғақ сүттегі майдың құрамы *ҚР СТ ИСО 8262-3* сәйкес Вейбул-Бернтроп әдісімен анықталады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан республикасының Мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Халықаралық, өңірлік және ұлттық стандарттарды және стандарттау, метрология, сертификаттау және аккредиттеу бойынша нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшеу құралдарын салыстырып тексеру. Ұйымдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшеу құралдарының типіне сынақ жүргізу және бекіту тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Метрологиялық аттестаттау өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.75-2009 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сынақ жабдығын аттестаттау тәртібі.

ҚР СТ ИСО 8262-3-2009 Сүт өнімдері және сүт негізіндегі тамақ өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі). 3-бөлім. Арнайы оқиғалар.

ГОСТ 1770-74 (СЭВ СТ 1247-78, СЭВ СТ 4021-83, СЭВ СТ 4977-85) Зертханалық өлшейтін шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3622-68 Сүт және сүт өнімдері. Сынамаларды іріктеу және оларды сынаққа дайындау.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 1-бөлім. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 2-бөлім. Стандарттық өлшеу әдісінің қайталанғыштығы мен өндірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 3-бөлім. Стандарттық өлшеу әдісінің аралық дәлме-дәлдік көрсеткіштері.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 4-бөлім. Стандарттық өлшеу әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 5-бөлім. Стандарттық өлшеу әдісінің дәлме-дәлдігін анықтаудың балама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және дәлме-дәлдік). 6-бөлім. Практикада дәлдік мәндерін пайдалану.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 13928-84 Дайындалатын сүт және қаймақ. Қабылдау ережелері, сынамаларды іріктеу әдістері және оларды талдауға дайындау.

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

ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыс. Бір таңбалы тамшуыр.

ИСО 3889:2006 Сүт және сүт өнімдері. Майдың құрамын анықтау. Майды шайғындауға арналған Можонье типті құтылар.*

---

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолдану керек.*

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдаланған кезде, жыл сайын шығатын «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» атты ақпараттық сілтеме бойынша стандарттар мен жіктегіштердің қолданысын ағымдағы жылғы жай-күйі және ағымдағы жылы жарияланған ай сайын шығарылатын тиісті ақпараттық сілтемелер бойынша тексерген жөн. 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.

3 Принцип

Үлгінің жұмыстық бөлігінің аммиакты спирт ерітіндісі диэтилді және петройлейн эфирі қосылып шайғындалады. Еріткіштер айдау немесе булау арқылы жойылады. Шайғындалған зат массасы анықталады.

ЕСКЕРТПЕ Ол әдетте Роуз-Готлибно принципі ретінде белгілі.

4 Реактивтер

4.1 Егер басқа қолдану тәсілі көрсетілмесе, талдамалық тазалығы танылған реагенттерді ғана, тазартылған және минералсызданған немесе балама тазалықтағы суды қолдану керек.

Реагенттер әдіспен белгіленген анықтауларды орындаған кезде, сезілетін тұнбаларсыз болуға тиіс (8.2.2 қараңыз).

4.2 Шамамен 25 % ($\rho_{20} = 910\ г/дм^3$) жуық NH_3 массалық үлесі болатын мүсәтір спирті.

ЕСКЕРТПЕ Егер осы концентрациядағы мүсәтір спиртіне қол жетпейтін болса, онда концентрациясы белгілі барынша концентрирленген ерітінді қолданылуы мүмкін (10.4.2 қарау керек).

4.3 Этанол (C_2H_5OH) немесе көлемдік үлесі, кем дегенде, 94 % метанолмен жарамсызданған этанол. (А.5 тармақшасын қараңыз).

4.4 Қызыл конго ерітіндісі

1 г қызыл конгоны ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) суда 100 $см^3$ бір таңбалы өлшеу құтысында еріту қажет (5.14). Таңбаға дейін су толтыру керек.

ЕСКЕРТПЕ Осы ерітіндіні қолдануға рұқсат етіледі, еріткіш пен су қабаты арасындағы бетті айқын көруге мүмкіндік береді (8.4.4 қарау керек). Басқа индикаторлық су ерітінділері олар анықтау нәтижесіне әсер етпейтін жағдайда ғана қолданылуы мүмкін.

4.5 Антиоксиданттар 2 мг/кг артық болмайтын және бақылау сынағына арналған талаптар сақталатын тотықсыз ($C_2H_5OC_2H_5$) (А.3 тармақшасын қараңыз) диэтил эфирі (8.2.2, А.1 және А.4 тармақшасын қарау керек).

ЕСКЕРТПЕ Диэтил эфирін қолдану қауіпті оқиғаларға әкелуі мүмкін. Қолдану, пайдалану және бақылауға арналған ағымдағы қауіпсіздік шараларын қадағалау керек.

4.6 30°С бастап 60°С дейінгі температурада қайнау аралығы болатын немесе балама ретіндегі петройлейн эфирі, 36 °С температурада қайнау нүктесі болатын және бақылау сынағына арналған талаптар сақталатын пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) (8.2.2, А.1 және А.4 тармақшасын қараңыз).

Пентанды пайдалану оның жоғарғы тазалық деңгейі мен біркелкі сапасына байланысты ұсынылады.

4.7 Араластырылған еріткіш

Қолдануға шамалы қалғанда, диэтил эфирі (4.5) мен петройлейн эфирін (4.6) бірдей көлемде араластыру керек.

5 Аспаптар

ЕСКЕРТПЕ Анықтау тез тұтанатын ұшпа еріткіштердің қолданылуын қамтитын болғандықтан, барлық электрлік аспаптарды қолдануда осындай еріткіштерді пайдалануда қауіпті факторларға қатысты нормалар сақталуға тиіс.

5.1 *ГОСТ 24104 бойынша* есептеу мүмкіндігі болатын 1 мг дәлдікпен өлшеуге жарамды талдамалық таразылар.

5.2 Құтыны ұстап тұруға жарамды үйірткі және майды шайғындауға арналған (5.6) және құты немесе түтікшенің сыртқы жағына 80 г бастап 90 г дейін радиалды үдетумен өңдеу кезінде айналу жиілігі 500 мин$^{-1}$ бастап 600 мин$^{-1}$ дейінгі түтікшелер.

Үйірткіні пайдалану қосымша, бірақ ұсынылған болып табылады (8.4.7 қарау керек).

5.3 Айдағыш немесе айдау немесе конус тәрізді құтыдан еріткіштер мен этанолды тазартуға немесе 100 °С аспайтын температурада зертханалық тостаған мен шыныаяқтан булауға арналған тозаңдату қондырғысы (8.4.14 қарау керек).

5.4 (102 ± 2) °С температураны сақтайтын, толығымен ашылатын желдету көзі болатын электрлік қыздыратын кептіру шкафы.

Кептіру шкафына термометр бекітілуге тиіс.

5.5 (65 ± 5) °С температураны ұстауға жарамды су моншасы.

5.6 ИСО 3889 сәйкес майды шайғындауға арналған Можонье типті құтылар.

ЕСКЕРТПЕ Сондай-ақ бөтелкелері жуылатын сифон немесе фитингісі болатын майды шайғындауға арналған түтікшелер қолданылуы ықтимал, бірақ процедура ерекшеленетін болады. Балама процедура Б қосымшасында қарастырылған.

Майды шайғындауға арналған құтылар сапасы жоғары тығынмен немесе қолданылатын реагенттерге әсер етпейтін басқа материалдан жасалған тығындармен жабдықталуға тиіс (мысалы, силикон каучук немесе политетрафторэтилен). Тығындар диэтил эфирі (4.5) қолданылып алынуға, 60

˚С немесе одан артық температурада 15 минуттан кем болмай сақталуға және содан соң олар пайдаланған кезде қанығуы үшін салқын суға салынуы керек.

5.7 Майды (немесе түтікшелерді) шайғындауға арналған құтыларды ұстап тұруға арналған таған (5.6 т.).

5.8 Араластырылған еріткішті қолдану үшін қажетті шаю бөтелкесі (4.7 т.).

Пластмасса шаю бөтелкелері қолданылмауға тиіс.

5.9 Сыйымдылығы 125 $см^3$ және 250 $см^3$ май жинауға арналған ыдыстар, мысалы, айдау құтылары (түбі жалпақ), 250 $см^3$ конус тәрізді құтылар немесе металл табақшалар.

Егер металл табақшалар пайдаланылатын болса, онда олар түбі жалпақ, диаметрі 80 бастап 100 мм дейін және биіктігі шамамен 50 мм тот баспайтын болаттан жасалуы керек.

5.10 Кеуекті емес кәрлен немесе кремний карбидінен жасалған, май болмайтын қайнау процесіне арналған қосалқы құралдар (қосымша, металл табақшалар пайдаланылатын кезде).

5.11 Қарастырылатын сынақ үшін қолданылатын, ГОСТ 1770 бойынша 1-дәлдік класының сыйымдылығы 5 $см^3$ және 25 $см^3$, бір таңбалы өлшеу цилиндрі.

5.12 ГОСТ 29169 бойынша сыйымдылығы 10 $см^3$ өлшемделген тамшуырлар, 1-класс.

5.13 Құты, тостағандар немесе табақшаларды ұстап тұруға арналған металл қысқыштар.

5.14 ГОСТ 1770 бойынша сыйымдылығы 100 $см^3$, бір таңбалы өлшеу құтылары, 1-класс.

5.15 Қолданылатын өлшеу құралдары Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету тізіміне ҚР СТ 2.21 сәйкес олардың типтерін бекіту немесе оларды ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттау нәтижелері бойынша енгізілуге және ҚР СТ 2.4 сәйкес тексерілуге тиіс. Сынақ жабдығы ҚР СТ 2.75 сәйкес аттестатталуы қажет.

6 Сынамаларды іріктеу

Сүт және сүт өнімдерінің сынамаларын іріктеу және оларды талдауға дайындау – *ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809* бойынша. Сынамалар іріктеудің ұсынылатын әдісі [1] қарастырылған.

Зертханалық үлгілерді 2 ˚С бастап 6 ˚С дейінгі температурада үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедураны бастау уақытына дейін сақтау керек.

7 Сынақ үлгісін дайындау

Сынақ үлгісін мұқият араластыру керек. Егер қажет болса, ішіндегі сынақ үлгісін бәрін көлемі шамамен осы процедураны орындауға арналған сынақ үлгісінен екі есе үлкен ауа өткізбейтін жүксауытқа салу керек.

8 Өткізу тәртібі

ЕСКЕРТПЕ 1 Егер қайталану шегінің сәйкестігін тексеру қажет болса, онда екі бөлек анықтауды 8.1 - 8.4 сәйкес орындау керек.

ЕСКЕРТПЕ 2 Бөтелкелері жуылатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындауға арналған түтікшеге қолданылатын балама процедура Б қосымшасында берілген.

8.1 Үлгінің жұмыстық бөлігі

Сынақ үлгісін абайлап араластыру қажет. Төменде берілген үлгінің жұмыстық бөлігінің біреуін майды шайғындауға арналған құтыда (5.6 қараңыз) 1 мг дейінгі дәлдікпен бірден өлшеу қажет:

- май, құрғақ табиғи сүт немесе сарысудың жоғары құрамы болатын шамамен 1,000 г құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г қаймағы алынған құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г құрғақ сарысу;
- шамамен 1,500 г құрғақ іркіт.

Үлгінің жұмыстық бөлігін мүмкіндігінше майды шайғындауға арналған құтының төменгі бөлігіне толық салу керек.

8.2 Бақылау сынақтары

8.2.1 Әдіске арналған бақылау сынақтары

Бақылау сынағын осындай реактивтер мен процедураларды қолдана отырып, бірақ 8.4.1 үлгінің ыдырағыш жұмыстық бөліктерін 10 $см^3$ суға (А.2 қараңыз) ауыстыра отырып, анықтаумен бір мезгілде орындау керек.

Жеке үлгілердің дәл осындай жағдайы болмайтын сынақ үлгілерінің тобынан бастапқы бір үлгі пайдаланылған кезде, нәтижені есептеу кезінде қолданылатын бақылау сынағының мәнін алуға арналған процедураның жеке сынақ үлгісіне сәйкес келуін қамтамасыз ету қажет.

Егер бақылау сынағында алынған мәні 1,0 мг үнемі асатын болса, егер бұл жақын арада іске асырылған болса, реактивтерді тексеру қажет (8.2.2 қараңыз). 2,5 мг артық түзетулер сынақ хаттамасында көрсетілуге тиіс.

8.2.2 Реактивтерге арналған бақылау сынағы

Реактивтер сапасын тексеру үшін, массаны бақылау үшін тағайындалатын 8.3 берілген бақылау сынағын орындау керек. Реактивтерде 1,0 мг асатын тұнба құрамы болмауға тиіс (А.1 тармағын қараңыз).

Егер реактивтің аяқталған бақылау сынағының тұнбасы 1,0 мг артық болып құралса, 100 $см^3$ диэтил эфирін (4.5 қараңыз) және петройлейн эфирін

(4.6 қараңыз) жеке айдауда еріткіштер тұнбасын анықтау қажет. 1,0 мг аспауға тиіс тұнбаның нақты массасын алу үшін бақылап тағайындалып дайындалған май жинауға арналған бос ыдысты пайдалану керек .

Кейбір жағдайларда, еріткіштердің майда ныгыздалып қалатын ұшпа заттары болуы мүмкін. Егер олар осындай заттардың болуының көрсеткіштері болып табылса, барлық реактивтерге және әрбір еріткіш үшін 1,0 г сусыз сүт майын жинауға арналған ыдысты қолдана отырып бақылау сынақтарын орындау қажет. Егер қажет болса, 100 $см^3$ еріткіште 1 г сусыз сүт майы болған кезде қайта айдалған еріткіштер. Еріткіштерді қайта айдаудан кейін бірден пайдалану қажет.

Сәйкес келмейтін реактивтер мен еріткіштерді ауыстыру немесе еріткіштерді айдауды қайта өткізу керек.

8.3 Май жинауға арналған ыдысты әзірлеу

Май жинауға арналған ыдысты (5.9 қараңыз) 102 °С температурада кептіру шкафында 1 сағат қайнау процесіне арналған бірнеше қосалқы құралдармен (5.10 қараңыз) кептіру қажет.

ЕСКЕРТПЕ Қайнау процесіне арналған қосалқы құралдар еріткіштерді кезекті ұсақтау уақытында қалыпты қайнауға көмектеседі, әсіресе, май жинауға арналған шыны ыдыстар қолданған кезде; оларды қолдану металл табақшаларға қосымша болып табылады.

Май жинауға арналған ыдысты шаң түспес үшін жауып, 18°С бастап 23°С дейінгі температурада салқындатып қояды (май жинауға арналған шыны ыдысты 1 сағаттан кем етпей, металл табақшаларды – 30 минуттан кем етпей салқындатады).

Ұзақ кезеңде толық салқындамау немесе шамадан тыс салқындауды болдырмас үшін, май жинауға арналған ыдыс кептіру пешінде болуға тиіс.

Май жинауға арналған ыдысты таразыға қою үшін қысқыштарды пайдалану керек (5.13 қараңыз). Май жинауға арналған ыдысты 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшеу қажет.

8.4 Анықтау

8.4.1 Анықтауды кідіртпей іске асыру керек. (65 ± 5) °С температурада алдын ала жылытылған 10 $см^3$ суды 10 $см^3$ көлем алу үшін май шайғындауға арналған құтыдағы (8.1 қараңыз) үлгінің жұмыстық бөлігіне қосу керек. Май шайғындауға арналған құтының кішкене бөлшегінде үлгінің жұмыстық бөлігін шаюға арналған суды пайдалану қажет. Үлгінің жұмыстық бөлігін жұмыстық бөлік шашырамайтын болғанша мұқият араластыру қажет.

8.4.2 Үлгінің жұмыстық бөлігіне (8.4.1) немесе барынша қоюлатылған мүсәтір спиртінің балама көлеміне (4.1 т. ескертпесін қараңыз) 2 $см^3$ мүсәтір спиртін (4.1 қараңыз) қосу керек. Май шайғындауға арналған құтының кішкене бөлшегінде үлгінің жұмыстық бөлігін мұқият араластыру керек.

8.4.3 Су моншасында абайлап шайқай отырып, 15 бастап 20 минутқа дейін құтыны (65 ± 5) °С дейін қыздыру керек. Ағынды суда 18 °С бастап 23 °С дейінгі температурада суыту қажет.

8.4.4 10 $см^3$ этанол (4.2 қараңыз) қосу керек. Май шайғындауға арналған құтының ішіндегісінің үлкен және кіші бөлік арасында артқа және алға ақпауы үшін, ақырын, бірақ мұқият араластыру қажет. Ішіндегісінің құтының мойнына жақындауын болдырмау керек. Қызыл конгоның 2 тамшысын қосуға болады (5.3 қараңыз).

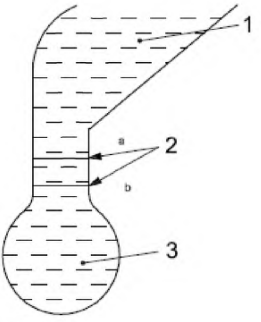
8.4.5 25 $см^3$ диэтил спиртін (4.4 қараңыз) қосу керек. Май шағындауға арналған құтыны суға қанықкан тығынмен немесе суға батырылған басқа материалдардан жасалған тығынмен жабады (5.6 қараңыз). Құтыны 1 минуттай тұрақты кіреукенің түзілуін болдырмас үшін шайқау керек.

8.4.6 5 $см^3$ петройлейн эфирін қосу керек (4.5 қараңыз). Май шайғындауға арналған құтыны суға батырылған тығынмен жабады. 8.4.4 қарастырылғандай, 30 с жуық абайлап араластыру керек. 8.4.5 белгіленгендей етіп шайқауды жалғастырады.

8.4.7 Май шайғындауға арналған жабық құтыны 1 минуттан бастап 5 минутқа дейін 80 $м/с^2$ бастап 90 $м/с^2$ дейін радиалды үдетуде үйірткілеу қажет. Егер үйірткілеуге (5.2 қараңыз) рұқсат етілмесе, құтыны тағанда (5.7 қараңыз) қалқып шығатын қабаты анық болғанша және су қабатынан көрініп бөлінгенше 30 минутқа қойып қою қажет. Егер қажет болса, құтыны ағынды суда 18 °С бастап 23 °С дейінгі температураға дейін салқындату керек.

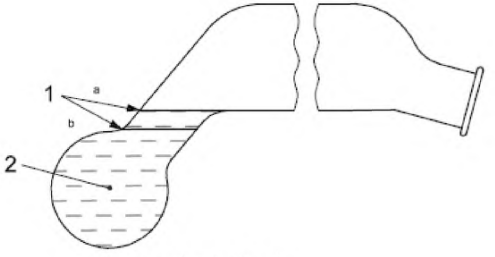
8.4.8 Құтыны абайлап шығарып алып, оны және май шайғындауға арналған құтының мойнын шамалы араластырылған еріткішпен жуу керек (4.6 қараңыз). Жуу ағынының құтыға кетуі үшін шаюға арналған бөтелкені пайдалану керек. Егер бөлу шекарасы құты өзегінен төмен болса, оны оны құты қабырғасында қосылған судың деңгейін көтере отырып (1-суретті қараңыз), еріткіштің ағуын оңайлата отырып шамалы көтеру керек.

8.4.9 Май шайғындауға арналған құтыны шар тәрізді кішкентай бөлшекпен ұстау керек және қайнауға арналған ыдыста немесе конус тәрізді құтыда (қосымша металл шыныаяқпен) қайнату процесіне арналған бірнеше қосалқы заттар (5.10 қараңыз) болатын май жинау үшін дайындалған ыдысқа (8.3 қараңыз) қалқып шығатын бетін барынша көп толық құю керек. Су қабатының құйылуын болдырмау керек (2-суретті қарау керек).



1 – еріткіш,
2 – бөлік беті,
3 – су қабаты,
[a] - екінші және үшінші шайғындау кезінде,
[b] - бірінші және екінші шайғындау кезінде

1-сурет – Құйғанға дейін



1 – бөліктің беті,
2 – су қабаты,
[a] - екінші және үшінші шайғындау кезінде,
[b] - бірінші және екінші шайғындау кезінде

2-сурет – Құйғаннан кейін

8.4.10 Май шайғындауға арналған құты мойнының сыртқы бөлігін араласқан еріткіштің шамалы мөлшерімен шаю керек (4.6 қараңыз). Пайдаланылған араластырылған еріткішті шайғаннан кейін май шайғындауға арналған ыдысқа жинау керек. Араласқан еріткіш май шайғындауға арналған құтының сыртына ақпауы керек. Еріткіш немесе оның бөлігін май жинауға арналған ыдыстан 8.4.14 белгіленгендей, айдап немесе булап кетіруге болады.

8.4.11 5 $см^3$ этанолды (4.2 қараңыз) май шайғындауға арналған құтының ішіндегісіне қосу қажет. Этанолды қолдана отырып, құты мойнының ішкі бөлігін шаяды және 8.4.4 белгіленгендей араластырады.

8.4.12 Екінші шайғындауды 8.4.5-8.4.9 т.т. қарастырылғандай жүйелілікпен орындау керек. 25 $см^3$ орнына 15 $см^3$ диэтил эфирін (4.4 қараңыз) және 15 $см^3$ петройлейн эфирін (4.5 қараңыз) ғана пайдалану қажет. Диэтил спиртін қолдану арқылы май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі қабырғасын шаяды.

Қажет болған кезде бөліктің бетін құтының қабырғасы бойынша суды абайлап қоса отырып (1-суретті қараңыз), оның құйылып бітуіне мүмкіндік бере отырып, еріткіштің ағуын оңайлатып, құты өзегінің ортасына дейін шамалы көтерген дұрыс (2-суретті қараңыз).

8.4.13 8.4.5 - 8.4.9 т.т. қарастырылған процестерді қайталап, үшінші шайғындауды этанол қоспай орындау қажет. 15 $см^3$ диэтил эфирін (4.5

қараңыз) және 15 $см^3$ петройлейн эфирін (4.6 қараңыз) ғана пайдалану керек. Диэтил спиртін қолдану арқылы май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі қабырғасын шаяды.

Қажет болған кезде бөліктің бетін құтының қабырғасы бойынша суды абайлап қоса отырып (1-суретті қараңыз), оның құйылып бітуіне мүмкіндік бере отырып, еріткіштің ағуын оңайлатып, құты өзегінің ортасына дейін шамалы көтерген дұрыс (2-суретті қараңыз).

ЕСКЕРТПЕ Үшінші шайғындау майдың массалық үлесі 5 %-дан кем болатын өнімдер үшін өткізілуі мүмкін.

8.4.14 Еріткіштерді (этанолды қоса алғанда) айдау немесе конус тәрізді құтыны қолдана отырып айдау кезінде немесе зертханалық тостаған немесе шыныаяқты (5.3 қараңыз) қолдана отырып булау кезінде май жинауға арналған ыдыстан мүмкіндігінше толығымен жоюға болады. Айдау немесе конус тәрізді құты мойнының ішкі бөлігін айдауды бастағанша, араластырылған ерітіндімен (4.5 қараңыз) шаю қажет.

8.4.15 Май жинауға арналған ыдысты оның бүйірінде орнатылған айдау немесе конус тәрізді құты арқылы қыздыру керек, еріткішке 102 °С температурада орнатылған кептіру шкафында (5.4 қараңыз) бір сағат ішінде будан босатуға мүмкіндік жасау керек. Май жинауға арналған ыдысты алып, майдың бұлдыр немесе мөлдір екенін бірден тексеру қажет. Егер май бұлдыр болса, онда қосылатын майлы заттың болатыны болжанады да барлық процедура қайта орындалуға тиіс. Егер май мөлдір болса, май жинауға арналған ыдысты шаң түспес үшін жауып, 18 °С бастап 23 °С температураға дейін салқындатып (кептіру шкафында болмағаны дұрыс) қою керек (май жинауға арналған шыны ыдыс 1 сағат, металл шыныаяқ 30 минут).

Май жинауға арналған ыдысты өлшеу алдында тікелей сүртпеу керек. Май жинауға арналған ыдысты таразыға ауыстыру үшін қысқыштарды пайдаланған дұрыс (5.13 қараңыз). Май жинауға арналған ыдысты 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшеу керек.

8.4.16 Май жинауға арналған ыдысты айдау немесе конус тәрізді құты арқылы 102 °С температурада белгіленген 30 минутта кептіру шкафында (5.4 қараңыз) еріткіштің будан босауына мүмкіндік бере отырып қыздыру қажет. 8.4.15 белгіленгендей суытып өлшеу керек. Қажет болған кезде, май жинауға арналған ыдыстың массасы кезекті екі өлшеу арасында 1,0 мг азайғанша не кемігенше немесе артқанша қыздыру және өлшеу процесін қайталау керек. Минималды массаны май жинауға арналған ыдыстың және шайғындау затының массасы ретінде тіркеу керек.

9 Нәтижелерді өңдеу

9.1 Есептеу

Пайыздық массалық үлес ретінде өрнектелген май құрамын w_f, (1) формула бойынша есептеу қажет:

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

мұндағы m_0 - үлгінің жұмыстық бөлігінің массасы (8.1), г;

m_1 - 8.4.16 белгіленген май жинауға және шайғындау затына арналған ыдыс массасы, г;

m_2 - май жинау үшін дайындалған ыдыс массасы (8.3), г;

m_3 - 8.4.16 белгіленген шайғындау затына және бақылау сынағы үшін пайдаланылатын май жинауға арналған ыдыс (9.2) массасы, г;

m_4 - бақылау сынағында пайдаланылатын май жинауға арналған ыдыс (8.3) массасы (8.2), г.

9.2 Нәтижелерді өрнектеу

Нәтижені екі ондық белгіге дейін дөңгелектеу керек.

10 Дәлдік

10.1 Зертханааралық сынақ

Зертханааралық сынақ бөлшектері *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6* талаптарына сәйкес. Қайталанғыштық және өндірімділік шектеулеріне арналған мәндер ықтимал 95 % деңгей үшін өрнектелген және ұсынылғандардан басқа концентрациялар мен матрицалар аралығында қолданыла алмайды.

10.2 Қайталанғыштық

Қысқа уақыт аралығында бір жабдықты пайдалану кезінде бір зертханашының бір зертханада бірдей сынақ материалында бірдей әдіс арқылы алған бірыңғай тәуелсіз екі сынақ нәтижелері арасындағы абсолют айырма 5 %-дан артық болмайтын жағдайда асатын болады:

а) май құрамы жоғары құрғақ сүт үшін және құрғақ табиғи сүт үшін 0,20 %;

б) қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт үшін 0,15 %;

в) қаймағы алынған құрғақ сүт және құрғақ сарысу үшін 0,15 %.

10.3 Өндірімділік

Түрлі жабдықты пайдалану кезінде түрлі зертханашының түрлі зертханаларда бірдей сыналатын материалда бірдей сынақ материалында бірдей әдіс арқылы алған бірыңғай тәуелсіз екі сынақ нәтижелері арасындағы абсолют айырма 5 %-дан артық болмайтын жағдайда асатын болады:

а) май құрамы жоғары құрғақ сүт үшін және құрғақ табиғи сүт үшін 0,30 %;

б) қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт үшін 0,25 %;

в) қаймағы алынған құрғақ сүт және құрғақ сарысу үшін 0,20 %.

11 Бақылау нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мынадай ақпарат қамтылуы керек:

а) үлгіні түпкілікті идентификациялау үшін қажетті барлық ақпарат;

б) егер белгілі болса, үлгілерді іріктеудің қолданылатын әдісі;

в) осы стандартқа жасалатын сілтемемен қолданылатын сынақ әдісі;

г) осы стандартта белгіленбеген немесе нәтижелерге әсер етуі мүмкін кез келген жағдай мәнісімен бірге қосымша болып саналатын барлық оперативті бөлшектер;

д) егер әдіске арналған бақылау сынағында 2,5 мг артық мән алынған болса, жасалған түзетулер;

е) сынақ нәтижелері.

А қосымшасы
(міндетті)

Процедураларға жасалатын ескертпелер

А.1 Реактивтерді тексеруге арналған бақылау сынағы (8.2.2 қараңыз)

Осы бақылау сынағында май жинауға арналған ыдыс май жинауға арналған ыдыстың температурасын өлшеу немесе әсер ету үшін бөлменің атмосфералық жағдайында өзгертудің реактивтер шайғынында ұшпайтын заттың болуын немесе болмауын дұрыс көрсетпеуі үшін қолданылады. Осы май жинауға арналған ыдыс екі табақшалы таразыны қолданған жағдайда салмаққа қарсы ыдыс ретінде қолданыла алады. Басқаша бақылауға арналған май жинау ыдысының массасының ауытқуы (9.1 $m_4 - m_3$), егер бақылау сынағы үшін қолданылатын май жинауға арналған ыдыс массасы тексерілетін болса қарастырылуға тиіс. Демек, бақылауға арналған май жинау ыдысының біріктірілген масса бойынша өзгерісі массаның 1,0 мг артық артуын көрсетпеуге тиіс.

Еріткіштерде май құрамында берік сақталатын ұшпа заттар құрамының болуы өте сирек. Егер олар осындай заттардың болу көрсеткіштері болып табылатын болса, онда 1 г сусыз сүт майы болатын май жинауға арналған ыдысты қолдана отырып, барлық реактивтерге және әрбір еріткіш бойынша бақылау сынағын орындау қажет. Талап бойынша, 100 $см^3$ еріткіште 1 г сусыз сүт майы болған кезде қайта айдауға түсіру керек. Еріткіштерді екінші рет айдаудан кейін тез пайдалану қажет.

А.2 Анықтаумен бірге бір мезгілде орындалған бақылау сынағы (8.2.1 қараңыз)

Бақылау сынағында анықтаумен бір мезгілде орындалып алынған мән үлгінің жұмыстық бөлігінен шайғындалған заттың біріктірілген массасын ($m_1 - m_2$) бойынша реактивтерден шығатын қандай да бір ұшпа зат болған кезде, сондай-ақ өлшеуге арналған бөлмеде атмосфералық жағдайдың қандай да бір өзгерісі және май жинауға арналған ыдыс пен екі өлшеу (8.4.16 және 8.3) арасында жүргізілетін өлшеуге арналған бөлменің арасындағы температураның кейбір айырмасы кезінде түзетуге мүмкіндік береді (.

Мән қолайлы жағдайда (реактивтерде бақылау сынағындағы төмен мән, өлшеуге арналған бөлменің тұрақты температурасы, май жинауға арналған ыдысты тиісті салқындату уақыты) әдетте 1,0 мг қарағанда кем көрсететін болады және содан соң әдеттегі өлшеу кезінде қателік жіберуі мүмкін. Сондай-ақ 2,5 мг дейінгі артық мардымсыз мәндер (оң және теріс) жиі кездеседі. Осы мәндерді түзеткеннен кейін нәтижелер дәл болады. 2,5 артық түзетулер сынақ хаттамасында берілуге тиіс (11-бөлім).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәндер 1,0 мг асатын болса, онда реактивтерді тексеру қажет, егер бұл соңғы уақытта жасалмаған болса.

Қандай да бір бүлінген реактивтер немесе пайдаланылған реактивтер ауыстырылуға немесе өңделуге тиіс (8.2.2 және А.1 тармағын қараңыз).

А.3 Тотығуын сынау

Тотығуын сынау үшін алдын ала эфирмен шайылған тығыз қиюластырылған тығыны болатын кішкентай цилиндрдегі 10 $см^3$ диэтил эфиріне (4.5) дайындалған 100 г/$дм^3$ калий иодиді ерітіндісінің 1 $см^3$ қосу керек. Цилиндрді шайқап, 1 минут қойып қою керек. Диэтил спиртінің жұқа қабатында сары түс болмауы керек.

Тотығуын сынаудың басқа тәсілдері пайдаланылуы мүмкін.

Диэтил спиртінің бос екендігіне кепілдік беру үшін, диэтил эфирін, кем дегенде, төменде берілген әдіс бойынша қолданғанға дейін үш күн өңдеу қажет.

Мырыш жұқалтырды шамамен 8000 $мм^2$ және диэтил эфирінің литріне пайдалана отырып, диэтил эфирі құйылған бөтелкенің жарты айналымын қамтитындай жолақтармен кесу керек.

Қолданғанға дейін, жұқалтырдан жасалған жолақтарды литріне 10 г мыс сульфатының (II) пентагидраты ($CuSo_4 5H_2O$) және 2 $см^3$ концентрирленген күкірт қышқылы (массалық үлесі 98 %) болатын ерітіндіге 1 минутқа толық батыру қажет. Мыс жағылған ылғалды жолақтарды толық сумен абайлап шайып, ішіне диэтил спирті құйылған бөтелкеге салып, жолақтарды бөтелкеде қалдыру керек.

Олардың анықтау нәтижесіне әсер етпейтініне кепілдік беретін басқа әдістер пайдаланылуы мүмкін.

А.4 Антиоксиданттар болатын диэтил эфирі

Бір килограмында 1 мг антиоксидант болатын диэтил эфирі май құрамын анықтау кезінде ерекшелігімен кейбір елдерде рұқсат етілген болып табылады. Осы құрамы оның эталондық тағайындалым үшін қолданылуын болдырмайды.

Басқа елдерде антиоксидант құрамы жоғары болатын диэтил эфиріне 7 мг/кг дейін рұқсат етілетін болы табылады. Мұндай эфир антиоксидантты тұнба нәтижесінде жүйелік қателерді түзетуге арналған анықтаумен бір мезгілде орындалған міндетті бақылау сынағының әдеттегі анықтаулары үшін ғана қолданылуға тиіс. Эталондық тағайындалым үшін, мұндай диэтил эфирі қашанда пайдалануға дейін айдалуға тиіс.

А.5 Этанол

Метанол қосқан кездегіге қарағанда, өзгеше тәсілмен жарамсызданатын этанол денатуранттың анықтау нәтижелеріне әсер етпейтініне кепілдік берілгенде қолданыла алады.

Б қосымшасы
(ақпараттық)

Бөтелкені жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындау үшін түтікшелер қолданылатын балама процедура

Б.1 Жалпы қолданыс

Егер бөтелкені жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындауға арналған түтікшелер қолданылатын болса, онда осы қосымшада белгіленген процедураны пайдалану қажет. Түтікшелер тығындармен немесе 5.6 құтылар үшін қарастырылғандай сапасы жақсы тығындармен жабдықталуы керек (үлгі ретінде Б.1 суретін қараңыз).

Б.2 Процедура

Б.2.1 Сынақ үлгісін дайындау

7-бөлімді қараңыз.

Б.2.2 Үлгінің жұмыстық бөлігі

8.1 белгіленгендей жалғастыру керек, бірақ май шайғындауға арналған түтікшелерді пайдаланып (5.6 ескертпені және Б.1 суретін қараңыз).

Үлгінің жұмыстық бөлігін май шайғындауға арналған түтікшенің мүмкіндігінше төменгі бөлігіне дейін орналастыру керек.

Б.2.3 Бақылау сынағы

8.2 және А.2 тармағын қараңыз.

Б.2.4 Май жинауға арналған ыдысты дайындау

8.3 қарау керек.

Б.2.5 Анықтау

Б.2.5.1 Анықтауды кідіріссіз іске асыру керек.

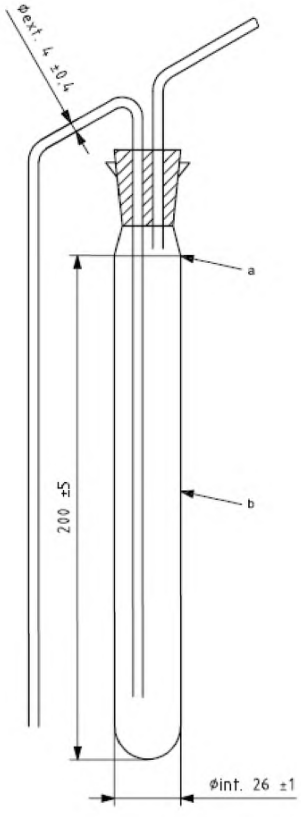
(65 ± 5) °С температураға дейін жылытылған 10 $см^3$ суды май шайғындауға арналған түтікшедегі (Б.2.2) үлгінің жұмыстық бөлігіне құбырдың төменгі бөлігіндегі үлгінің жұмыстық бөлігін шаю үшін қосу қажет. Әбден араластыру керек.

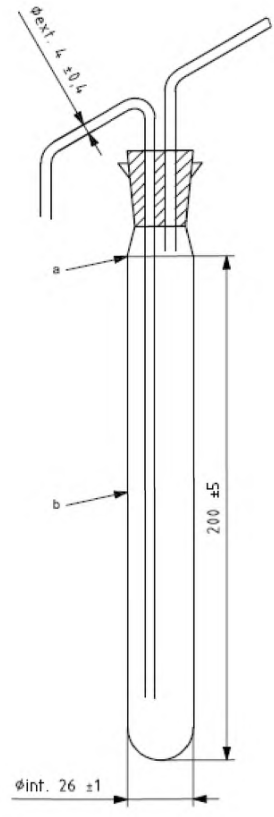
Б.2.5.2 2 $см^3$ мүсәтір спиртін (4.2) шайғындауға арналған түтікшедегі (Б.2.1) үлгінің жұмыстық бөлігіне немесе мүсәтір спиртінің барынша қойытылған ерітіндісінің балама мөлшеріне қосу керек (4.2 арналған ескертпені қараңыз). Май шайғындауға арналған түтікшенің төменгі бөлігіндегі алдын ала өңделген үлгі бөлігімен мұқият араластыру қажет.

Б.2.5.3 Түтікшені су моншасында (5.5) 15 бастап 20 минутқа дейін араластыра отырып (65 ± 5) °С температураға дейін қыздыру керек. 18 °С бастап 23 °С температураға дейін ағынды суда суыту қажет.

Б.2.5.4 Этанол (4.3) қосу керек. Абайлап араластыру керек, бірақ май шайғындауға арналған түтікшенің төменгі бөлігінде сапыра отырып. Қалауынша қызыл конго ерітіндісінің 2 тамшысын қосуға болады (4.3).

Өлшемдері миллиметрмен





а) сифонды фитингпен б) бөтелкені жуатын фитингісімен

[а] - фитингілері алынған осы деңгейге дейінгі сыйымдылығы (105 ± 5) см^3.

[б] - қабырғаның қалыңдығы (1,5 ± 0,5) мм.

Б.1 суреті

Б.2.5.5 25 см^3 диэтил эфирін (4.5) қосу керек. Суға батырылған басқа материалдан жасалған тығынмен немесе суға қанықтырылған қыртысты тығынмен май шайғындауға арналған түтікшені жабу керек (5.6). түтікшені қатты сілку керек, бірақ берік кіреукенің түзілуін болдырмас үшін, 1 минутта қайталанатын қарсы айналдыратын ынтамен жасамау керек. Түтікшені

қажетінше ағынды суда суыту керек. Тығынды толық алып, оны және аралас ерітіндісі болатын түтікше мойнын шаю қажет (4.7). түтікше ішін шаю үшін шаю бөтелкесін (5.8) пайдалану қажет.

Б.2.5.6 25 $см^3$ петройлейн эфирін (4.6) қосады. Суға батырылған тығынмен май шайғындауға арналған түтікшені жабады. Түтікшені Б.2.5.5 сипатталған сияқты 30 секунд абайлап сілку керек.

Б.2.5.7 Майды шайғындауға арналған жабық түтікшені 1 бастап 5 минутқа дейін 80 бастап 90 $м/с^2$ дейін радиалды үдетуде үйірткілеу керек. Егер үйіртқіге рұқсат етілмесе (5.2), құтыны тағанда (5.7) қалқып шығатын қабат айқын болғанша және су қабатынан елеулі түрде бөлінгенше 30 минутқа қалдыру қажет. Егер қажет болса, құтыны ағынды суда 18 ˚С бастап 23 ˚С температураға дейін салқындату керек.

Б.2.5.8 Тығынды абайлап алып, оны және май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі бөлігін шамалы араласқан ерітіндімен шаю керек (4.6). шаю ағыны құтыға бағытталу үшін шаюға арналған бөтелкені пайдалану қажет.

Б.2.5.9 Сифонды фитинг немесе бөтелке жуатын фитингіні май шайғындауға арналған түтікке салу керек. Фитингінің ішкі ұзын межебалдағын кіріс тесігі қабаттар арасындағы бөлік бетінен шамамен 4 мм болғанша итереді. Фитингінің ішкі межебалдағы май шайғындауға арналған түтікше осіне параллель болуы керек.

Қылқып шығатын қабатты май шайғындауға арналған түтікшеден айдау және конус тәрізді құтыларға (қосымша металл табақшалармен) қатысты қайнау процесіне арналған бірнеше қосалқы заттары (5.10) болатын май жинауға арналған ыдысқа (8.3 қарау керек) толық ауыстыру керек. Су қабатының төгілуін болдырмау керек. Фитингінің кіріс тесігін май жинауға арналған ыдысқа жиналған шамалы араласқан ерітіндімен шаю қажет.

ЕСКЕРТПЕ Қалқып шығатын қабат, мысалы, қысыммен қосылып қысқа өзекке бекітілген резеңке үрімше пайдаланылып, май шайғындауға арналған түтікшеден ауыстырылуы мүмкін.

Б.2.5.10 Фитингіні май шайғындауға арналған түтікше мойнынан қайта босату керек. Фитингіні аздап көтеріп, оның ішкі ұзын межебалдағының төменгі бөлігін араласқан еріткішпен шаю қажет (4.7). фитингіні түсіріп қайта қойып, май жинауға арналған ыдысқа шаюға құю керек.

Май жинауға арналған ыдысқа шаюға жинай отырып, араласқан ерітіндімен фитингінің өтетін жерін шаяды. Қалауынша еріткіш немесе оның бөліктерін май жинауға арналған ыдыстан 8.4.14 белгіленгендей, айдау немесе булау арқылы жою керек.

Б.2.5.11 Фитингінің мойнын қайтадан босату керек. Фитингіні аздап көтеріп, майды шайғындауға арналған түтікше ішіндегісіне 5 $см^3$ этанол қосу керек. Б.2.5.4 сипатталатындай етіп араластырады.

Б.2.5.12 Екінші шайғындауды Б.2.5.5 - Б.2.5.10 қарастырылған процестерді қайталап орындайды. 25 $см^3$ орнына 15 $см^3$ диэтил эфирі (4.5) мен 15 $см^3$ петройлейн эфирін (4.6) ғана пайдалану керек. Диэтил эфирін қолдану арқылы алдыңғы шайғындаудан кейін май шайғындауға арналған түтікшеден фитингіні жылжыту уақытында фитингінің ішкі ұзын межебалдағын шаю қажет.

Б.2.5.3 Үшінші шайғындауды этанол қоспай, Б.2.5.5 - Б.2.5.10 қарастырылғандарды қайталап орындау керек. Тағы да 15 $см^3$ диэтил эфирі (4.5) мен 15 $см^3$ петройлейн эфирін (4.6) ғана пайдалану керек. Диэтил эфирін қолдану арқылы фитингінің ішкі ұзын межебалдағын Б.2.5.12 сипатталғандай етіп шаю керек.

ЕСКЕРТПЕ Үшінші шайғындау майдың массалық үлесі 5 %-дан кем болатын өнімдер үшін өткізілуі мүмкін.

Б.2.5.4 Процесті 8.4.14 – 8.4.16 белгіленгендей етіп жалғастырады.

Библиография

[1] ISO 707:2008 Milk and milk products - Guidance on sampling (Сүт және сүт өнімдері – Сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ӘОЖ 637.143.2:637.041:543.557:006.354(574) МСЖ5.060

Түйінді сөздер: майдың құрамы, гравиметриялық әдіс, принцип, реактивтер, процедура, аспаптар, сынақ үлгісі



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко сухое и сухие молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Гравиметрический метод (Контрольный метод)

СТ РК ИСО 1736-2009

ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - 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» и 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 к международному стандарту ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method) (Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании».

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячно информационных указателях «Государственный стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликовано в 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	Принцип	3
4	Реактивы	3
5	Приборы	4
6	Отбор проб	6
7	Приготовление испытательного образца	6
8	Порядок проведения	6
9	Обработка результатов	11
10	Точность	11
11	Оформление результатов контроля	12
	Приложение А (обязательное) Примечания к процедурам	13
	Приложение Б (информационное) Альтернативная процедура с применением трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омывающие бутылку	15
	Библиография	19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко сухое и сухие молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Гравиметрический метод (Контрольный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и сухие молочные продукты и устанавливает гравиметрический (контрольный метод) определения массовой доли жира. Метод также применим для сухого молока с массовой долей жира 40 % или более, сухого снятого молока, сухой сыворотки, сухой пахты и сухой сыворотки после сбивания масла.

Метод не распространяется на сухое молоко, содержащее твердые комки, которые не растворяются в нашатырном спирте или свободных жирных кислотах.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира в сухом молоке, содержащем твердые комки определяется методом Вейбула-Бернтропа в соответствии с *СТ РК ИСО 8262-3*.

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 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации.

Издание официальное

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

СТ РК ИСО 8262-3-2009 Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 3. Специальные случаи.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию.

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 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу.

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

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетка с одной отметкой.

ИСО 3889:2006 Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Колбы типа Можонье для экстракции жира.*

---

* *Применять в соответствии с СТ РК 1.9.*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 положения, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Аммиачный спиртовой раствор рабочей части образца экстрагируется с добавлением диэтилового и петройлейного эфира. Растворители удаляются дистилляцией или выпариванием. Определяется масса экстрагированного вещества.

ПРИМЕЧАНИЕ Оно обычно известно как принцип по Роуз-Готлибу.

4 Реактивы

4.1 Применять только реагенты, признанной аналитической чистоты, если не указан иной способ действий, дистиллированная и деминерализованная вода или вода эквивалентной чистоты.

Реагенты должны быть без ощутимых осадков при выполнении определения установленным методом (см. 8.2.2).

4.2 Нашатырный спирт, содержащий массовую долю NH_3 приблизительно 25 % ($\rho_{20} = 910\ г/дм^3$).

ПРИМЕЧАНИЕ Если нашатырный спирт данной концентрации не доступен, то могут применяться более концентрированный раствор известной концентрации (смотреть 10.4.2).

4.3 Этанол (C_2H_5OH), или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола, по крайней мере, 94 %. (См. подпункт А.5).

4.4 Раствор конго красного

Растворить 1 г конго красного ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) в воде в 100 $см^3$ мерной колбе с одной меткой (5.14). Наполнить до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается применение данного раствора, позволяет видеть отчетливо поверхность между растворителем и водным слоемм (смотреть 8.4.4). Другие водные индикаторные растворы могут применяться при условии, что они не воздействуют на результат определения.

4.5 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), без перекиси (См. подпункт А.3), содержащий не более чем 2 мг/кг антиоксидантов, и соблюдаемый требованиями для контрольного испытания (смотреть 8.2.2, подпункт А.1 и А.4).

ПРИМЕЧАНИЕ Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Наблюдать за текущими мерами безопасностями для обращения, применения и контроля.

4.6 Петройлейный эфир, с интервалом кипения при температуре от 30 °С до 60 °С или, как эквивалентен, пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) с точкой кипения при температуре 36 °С и соблюдаемый требованиями для контрольного испытания (см. 8.2.2, подпункт А.1 и А.4).

Использование пентана рекомендуется из-за его высокой степени чистоты и однородного качества.

4.7 Смешанный растворитель

Незадолго до применения, смешать в равных объемах диэтиловый эфир (4.5) и петройлейный эфир (4.6).

5 Приборы

ПРИМЕЧАНИЕ Так как определение включает применение летучих легковоспламеняющих растворителей, то применение всех электрических приборов должно соблюдаться нормами относительно опасных факторов в использовании таких растворителей.

5.1 Аналитический весы, со способностью взвешивания с точностью 1 мг с возможностью считывания до 0,1 мг *по ГОСТ 24104*.

5.2 Центрифуга, способная удерживать колбы и трубочки для экстракции жира (5.6) и частотой вращения от 500 мин$^{-1}$ до 600 мин$^{-1}$ при выработке радиального ускорения от 80 г до 90 г на наружнюю сторону колбы или трубочки.

Применение центрифуги является дополнительным, но рекомендованным (смотреть 8.4.7).

5.3 Дистиллятор или установка для напыления, для дистиллирования растворителей и этанола из перегонной или конической колбы, или выпаривания из лабораторного стакана и чашки (смотреть 8.4.14) при температуре, не превышающей 100 °С.

5.4 Сушильный шкаф, с электрическим разогревом, с полностью открываемым вентиляционным проходом, поддерживающий температуру (102 ± 2) °С.

К сушильному шкафу должен быть прикреплен термометр.

5.5 Водяная баня, способная поддерживать температуру (65 ± 5) °С.

5.6 Колбы типа Можонье для экстракции жира, в соответствии с ИСО 3889.

ПРИМЕЧАНИЕ Возможно также применение трубочки для экстракции жира с сифоном или фитинги с омываемыми бутылками, но процедура будет отличаться. Альтернативная процедура предусмотрена в Приложении Б.

Колбы для экстракции жира должны быть снабжены пробкой высокого качества или пробками из другого материала (например, силиконовый каучук или политетрафторэтилен), невоздействуемые применяемым реагентам. Пробки должны извлекаться с применением диэтилового эфира (4.5), продержать в воде при температуре 60 °С или более, не менее 15 минут, и затем опущены в холодную в воду, для того чтобы они были насыщены при использовании.

5.7 Штатив, для держания колб для экстракции жира (или трубочек) (п.5.6).

5.8 Промывочный бутыль, необходимый для применения смешанного растворителя (п.4.7).

Не должны применяться пластмассовые промывочные бутыли.

5.9 Сосуды для сбора жира, например, перегонные колбы (с плоским дном), вместимостью 125 $см^3$ и 250 $см^3$, конические колбы 250 $см^3$, или металлические чашки.

Если используются металлические чашки, то они должны быть из нержавеющей стали, с плоским дном, диаметром от 80 до 100 мм и высотой приблизительно 50 мм.

5.10 Вспомогательные средства для процесса кипения, без содержания жира, из непористого фарфора или карбида кремния (дополнительно, когда используются металлические чашки).

5.11 Измерительный цилиндр, с одной меткой, вместимостью 5 $см^3$ и 25 $см^3$, по ГОСТ 1770 класс точности 1 или другие приборы, применяемые для рассматриваемого испытания.

5.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 $см^3$, по ГОСТ 29169, класс 1.

5.13 Металлические щипцы, для держания колб, стаканов или чашек.

5.14 Мерные колбы, с одной меткой, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс 1.

5.15 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежат аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.

6 Отбор проб

Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к анализам – по *ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809*. Рекомендованный метод отбора проб предусмотрен в [1].

Хранить лабораторные образцы при температуре от 2 °С до 6 °С от времени отбора образца до времени начала процедуры.

7 Приготовление испытательного образца

Основательно помешать испытательный образец. Если необходимо, переместить все содержимое испытательного образца в воздухонепроницаемый контейнер приблизительно вдвое больше объема испытательного образца для выполнения данной процедуры.

8 Порядок проведения

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если необходимо проверить, соответствуют ли ограничения повторяемости, то два единичных определения необходимо выполнить в соответствии с 8.1 - 8.4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Альтернативная процедура, применяемая трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омываемых бутылок, предоставлены в Приложении Б.

8.1 Рабочая часть образца

Осторожно помешать испытательный образец. Необходимо сразу взвесить, с точностью до 1 мг, в колбе для экстракции жира (см. 5.6), одну из нижеприведенных рабочих частей образца:

- около 1,000 г сухого молока с высоким содержанием жира, сухого цельного молока или сыворотки ;
- около 1,500 г сухого частично снятого молока;
- около 1,500 г сухого снятого молока;
- около 1,500 г сухой сыворотки;
- около 1,500 г сухой пахты.

Переместить рабочую часть образца по возможности полностью в нижнюю часть колбы для экстракции жира.

8.2 Контрольные испытания

8.2.1 Контрольные испытания для метода

Выполнить контрольное испытание одновременно с определением, применяя такие же процедуры и такие реактивы, но заменяя дисперсные рабочие части образца в 8.4.1, на 10 $см^3$ воды (см. А.2).

Когда используется один исходный образец для группы испытательных образцов, из которых отдельные образцы не могут иметь точно такие условия, необходимо обеспечить, чтобы процедура для получения значения

контрольного испытания, применяемая при вычислении результата соответствовала тому отдельному испытательному образцу.

Если полученное значение в контрольном испытании регулярно повышает 1,0 мг, необходимо проверить реактивы, если это не было осуществлено недавно (см. 8.2.2). Исправления более чем 2,5 мг должны указываться в протоколе испытания.

8.2.2 Контрольное испытание для реактивов

Чтобы проверить качество реактивов, следует выполнить контрольное испытание, приведенное в 8.3, которое предназначается для контроля массы. Реактивы не должны допускать содержания осадков более чем 1,0 мг (см. пункт А.1).

Если осадок законченного контрольного испытания реактива составляет более чем 1,0 мг, необходимо определить осадок растворителей в отдельности дистилляцией 100 $см^3$ диэтилового эфира (см. 4.5) и петройлейный эфир (см. 4.6). Использовать пустой сосуд для сбора жира, подготовленный для контролируемого назначения для получения фактической массы осадка, которая не должна превышать 1,0 мг.

В некоторых случаях, растворители могут содержать летучие вещества, которые крепко удерживаются в жире. Если они являются показателями наличия таких веществ, необходимо выполнить контрольные испытания на все реактивы и для каждого растворителя, применяя сосуд для сбора жира с 1,0 г безводного молочного жира. Если необходимо, повторно дистиллированные растворители при наличии 1 г безводного молочного жира на 100 $см^3$ растворителя. Использовать растворители сразу после повторной дистилляции.

Заменить несоответствующие реактивы и растворители, или повторно провести дистилляцию растворителей.

8.3 Приготовление сосуда для сбора жира

Высушить сосуд для сбора жира (см. 5.9) с несколькими вспомогательными средствами для процесса кипения (см. 5.10) в сушильный шкафу при температуре 102 °С на 1 часа.

ПРИМЕЧАНИЕ Вспомогательные средства для процесса кипения помогают спокойному кипению во время последующего отщепления растворителей, особенно, когда применяются стеклянные сосуды для сбора жира; их применение является дополнительным к металлическим чашкам.

Сосуд для сбора жира оставляют охладиться до температуры от 18 °С до 23 °С, закрыв от попадания пыли (стеклянный сосуд для сбора жира охлаждают не менее 1 часа, металлические чашки – не менее на 30 минут).

Чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерного охлаждения на длительный период, то сосуд для сбора жира не должен находиться в сушильной печи.

Использовать щипцы (см. 5.13) для перемещения сосуда для сбора жира на весы. Взвесить сосуд для сбора жира с точностью до 1,0 мг.

8.4 Определение

8.4.1 Осуществить определение без задержки. Добавить 10 $см^3$ предварительно подогретую воду при температуре (65 ± 5) °С к рабочей части образца в колбу для экстракции жира (см. 8.1) для получения объема 10 $см^3$. Использовать воду для промывания рабочей части образца в маленькой детали колбы для экстракции жира. Помешивать тщательно рабочую часть образца до тех пор пока рабочая часть не станет рассеиваться.

8.4.2 Добавить 2 $см^3$ нашатырного спирта (см. 4.1) с рабочей частью образца (8.4.1), или эквивалентному объему более концентрированного нашатырного спирта (см. примечание к п.4.1). Помешивать тщательно рабочую часть образца в маленькой детали колбы для экстракции жира.

8.4.3 Подогреть колбу до (65 ± 5) °С в водяной бане (см. 5.5) от 15 до 20 минут осторожно взбалтывая. Остудить в проточной воде до температуры от 18 °С до 23 °С.

8.4.4 Добавить 10 $см^3$ этанола (см. 4.2). Смешать осторожно, но тщательно, позволяя содержанию колбы для экстркции жира протекать назад и вперед между большой и маленькой частью. Избегать приближения содержания к горлышку колбы. Можно добавить 2 капли раствора конго красного (см. 5.3).

8.4.5 Добавить 25 $см^3$ диэтилового спирта (см. 4.4). Закрыть колбу для экстракции жира пробкой, насыщенной водой или пробкой из других материалов, вымоченных в воде (см. 5.6). Взболтать колбу в течение 1 минуты для избегания образования стойкой эмульсии.

8.4.6 Добавить 25 $см^3$ петройлейного эфира (см. 4.5). Закрыть колбу для экстракции жира пробкой, вымоченной водой. Помешать осторожно около 30 с как предусмотрено в 8.4.4. Продолжть взбалтывать как условлено в 8.4.5.

8.4.7 Центрифугировать закрытую колбу для экстракции жира от 1 минуты до 5 минут при радиальном ускорении от 80 $м/с^2$ до 90 $м/с^2$. Если центрифуга (см. 5.2) не доступна, необходимо оставить колбу в штативе (см. 5.7) на 30 минут, до тех пор пока всплывающий слой не станет ясным и заметно отделяется от водного слоя. Если необходимо, остудить колбу в проточной воде, до температуры от 18 °С до 23 °С.

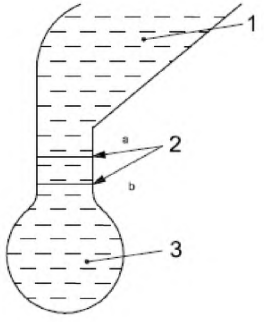
8.4.8 Осторожно вынуть пробку и промыть её и внутренню часть горловины колбы для экстракции жира с небольшим перемешанным растворителем (см. 4.6). Использовать бутылку для промывания, чтобы поток промывания был направлен в колбу. Если граница раздела ниже дна стержня колбы, то необходимо немного поднять ее, тем самым, подняв уровень добавлением воды по стенке колбы (см. Рисунок 1) облегчая сливание растворителя.

8.4.9 Держать колбу для экстракции жира за маленькую шаровидную деталь и полностью перелить как можно больше всплывающего слоя в

приготовленный сосуд для сбора жира (см. 8.3), содержащий несколько вспомогательных средств для процесса кипения (см. 5.10) в сосуде для кипения и конической колбе (дополнительно с металлическими чашками). Избегать переливания водного слоя (смотреть Рисунок 2).

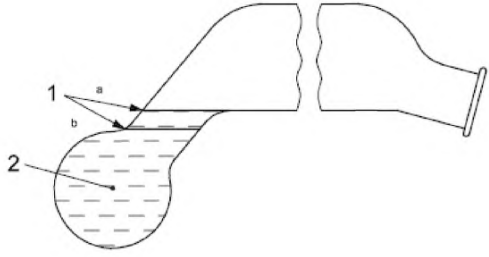
8.4.10 Промыть наружнюю часть горловины колбы для экстракции жира небольшим количеством смешанного растворителя (см. 4.6). Собрать использованный смешанный растворитель после промывания в сосуд для сбора жира. Смешанный растворитель не должен растекаться снаружи колбы для экстракции жира. Можно удалить растворитель или часть его от сосуда для сбора жира дистилляцией или выпариванием как установлено в 8.4.14.

8.4.11 Добавить 5 см^3 этанола (см. 4.2) к содержимому колбы для экстракции жира. Применяя этанол, промыть внутреннюю часть горловины колбы и смешать как установлено в 8.4.4.



1 – растворитель,
2 – поверхность раздела,
3 – водный слой,
[a] - при второй и третьей экстракции,
[b] - при первой и второй экстракции

Рисунок 1 – До переливания



1 – поверхность раздела,
2 -водный слой,
[a] - при второй и третьей экстракции,
[b] - при первой и второй экстракции

Рисунок 2 – После переливания

8.4.12 Выполнить вторую экстракцию в последовательности, предусмотренной в п.п.8.4.5-8.4.9. Вместо 25 см^3, использовать только 15 см^3 диэтилового эфира (см. 4.4) и 15 см^3 петройлейного эфира (см. 4.5). С помощью применения диэтилового эфира промыть внутреннюю стенку горловины колбы для экстракции жира.

При необходимости нужно немного поднять поверхность раздела до середины стержня колбы осторожно добавляя воду по стенке колбы (см.

Рисунок 1) облегчая сливание растворителя, давая ему возможность завершению переливания как можно полностью (смотреть Рисунок 2).

8.4.13 Выполнить третью экстракцию без добавления этанола с повторением процессов, предусмотренных в п.п. 8.4.5 - 8.4.9. Использовать только 15 $см^3$ диэтилового эфира (см. 4.5) и 15 $см^3$ петройлейного эфира (см. 4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть внутреннюю стенку горловины колбы для экстракции жира.

При необходимости немного поднять поверхность раздела до середины стержня колбы осторожно добавляя воду по стенке колбы (см. Рисунок 1) облегчая сливанию растворителя, давая ему возможность перелить как можно полностью (см. Рисунок 2).

ПРИМЕЧАНИЕ Третья экстракция может быть пропущена для продуктов с содержанием жира менее чем 5 % массовой доли.

8.4.14 Удалить растворители (включая этанол) по возможности полностью от сосуда для сбора жира, при дистилляции, применяя перегонную или коническую колбу, или при выпаривании, применяя лабораторный стакан или чашку (см. 5.3). Промыть внутренню часть горловины перегонной или конической колбы со смешанным раствором (см. 4.5) до начала дистилляции.

8.4.15 Нагреть сосуд для сбора жира, с помощью перегонной или конической колбы, установленной на ее стороне, позволить растворителю сбросить пар, около часа в сушильном шкафу (см. 5.4), установленого при температуре 102 °С. Снять сосуд для сбора жира и сразу же проверить мутный жир или прозрачный. Если жир мутный, то предполагается, что добавляемое жировое вещество присутствует и вся процедура должна выполняться заново. Если жир прозрачный, прикрыть сосуд для сбора жира от пыли и оставить его охлаждаться (нежелательно в сушильном шкафу) до температуры от 18 °С до 23 °С (стеклянный сосуд для сбора жира на 1 час, металлическая чашка на 30 минут).

Не вытирать сосуд для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Использовать щипцы (см. 5.13) для переноса сосуд для сбора жира на весы. Взвесить сосуд для сбора жира с точностью до 1,0 мг.

8.4.16 Нагреть сосуд для сбора жира, с помощью перегонной или конической колбы, позволить растворителю сбросить пар в сушильном шкафу (см. 5.4) 30 минут, установленый при температуре 102 °С. Остудить и взвесить как установлено в 8.4.15. При необходимости повторять процесс нагревания и взвешивания до тех пор пока масса сосуда для сбора жира не снизиться до 1,0 мг или менее, или не увеличиться между двумя последующими взвешиваниями. Зафиксировать минимальную массу как массу сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества.

9 Обработка результатов

9.1 Расчет

Вычислить содержание жира w_f, выраженного как процентная массовая доля, по формуле (1):

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

где, m_0 - масса рабочей части образца (8.1), г;

m_1 - масса сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества, установленного в 8.4.16, г;

m_2 - масса подготовленного сосуда для сбора жира (8.3), г;

m_3 - масса сосуда для сбора жира, используемого для контрольного испытания (9.2) и экстрагированного вещества, установленного в 8.4.16, г;

m_4 - масса сосуда для сбора жира (8.3), используемого в контрольном испытании (8.2), г.

9.2 Выражение результатов

Округлить результат до двух десятых знаков.

10 Точность

10.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторного испытания в соответствии с требованиями с *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6*. Значение для ограничений повторяемости и воспроизводимости выражено для возможного уровня 95 % и не может быть применено в интервале концентрации и матрицах, кроме тех представленных.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами, полученные таким же методом на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории таким же оператором с использованием такого же оборудования в короткий интервал времени, не более чем 5 %, в случае если массовая доля жира будет больше чем:

а) 0,20 % для сухого молока с высоким содержанием жирности и сухого цельного молока;

б) 0,15 % для сухого частично снятого молока;

в) 0,15 % для сухого снятого молока и сухой сыворотки.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами, полученными таким же методом на идентичном испытательном материале в различных лабораториях разными операторами с

использованием разных оборудований, не более чем 5 %, в случае если массовая доля жира будет больше чем:

а) 0,30 % для сухого молока с высоким содержанием жирности и сухого цельного молока;

б) 0,25 % для сухого частично снятого молока;

в) 0,20 % для сухого снятого молока и сухой сыворотки.

11 Оформление результатов контроля

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

а) всю информацию необходимую для окончательной идентификации образца;

б) применяемый метод отбора образцов, если известен;

в) применяемый испытательный метод, вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

г) все операционные детали, не установленные настоящим стандартом, или рассмотренные в качестве дополнительного, вместе с деталями случаев, которые могут влиять на результат испытания;

д) сделанные исправления, если получено значение более чем 2,5 мг в контрольном испытании для метода;

е) результаты испытания.

Приложение А
(обязательное)

Примечания к процедурам

А.1 Контрольное испытание для проверки реактивов (см. 8.2.2)

В данном контрольном испытании, сосуд для сбора жира, применяется для того, чтобы изменения в атмосферных условиях комнаты для взвешивания или воздействия температуры сосуда для сбора жира неверно представляли наличие или отсутствие нелетучего вещества в экстракте реактивов. Данный сосуд для сбора жира может применяться как противовесный сосуд в случае применения двухчашевых весов. Иначе отклонения массы (m_4-m_3 в 9.1) сосуда для сбора жира для контроля должны быть рассмотрены, если проверяется масса сосуда для сбора жира, применяемая для контрольного испытания. Следовательно, изменения в присоединенной массе сосуда для сбора жира для контроля не должны представлять повышение в массе более чем 1,0 мг.

Очень редко, растворители могут содержать летучие вещества, которые крепко удерживаются в составе жира. Если они являются показателями наличия таких веществ, то необходимо выполнить контрольное испытание на все реактивы и по каждому растворителю, применяя сосуд для сбора жира с 1 г безводного молочного жира. По требованию, подвергнуть повторной перегонке при наличии 1 г безводного молочного жира на 100 $см^3$ растворителя. Использовать растворители нужно быстро после второй перегонке.

А.2 Контрольное испытание, выполненное одновременно с определением (см.8.2.1)

Значение, полученное при контрольном испытании, выполненное одновременно с определением, позволяет присоединенной массе вещества, экстрагированного из рабочей части образца (m_1-m_2), корректироваться при наличии какого-либо летучего вещества, извлеченного из реактивов, и также при каких-либо изменениях атмосферных условий в комнате для взвешивания и некоторой разнице температуры между сосудом для сбора жира и комнатой для взвешивания, произведенных двумя взвешиваниями (8.4.16 и 8.3).

Под благоприятными условиями (низкое значение в контрольном испытании на реактивах, постоянная температура комнаты для взвешивания, соответствующее время охлаждения для сосуда для сбора жира), значение будет обычно показывать менее чем 1,0 мг и может затем быть упущен при обычном измерении. Несущественно повышенные значения (положительные и отрицательные) до 2,5 мг также часто встречаются. После коррекции для данных значений, результаты будут точными. Исправления на более чем 2,5 должны быть приведены в протоколе испытаний (раздел 11).

Если значение, полученное в данном контрольном испытании, превышает 1,0 мг, то реактивы необходимо проверить, если это не было сделано в последнее время. Какие-либо загрязненные реактивы или использованные реактивы должны быть заменены или обработаны (см. 8.2.2 и пункт А.1).

А.3 Испытания на перекиси

Чтобы провести испытания на перекиси, добавить 1 $см^3$ приготовленного 100 г/$дм^3$ раствора иодида калия в 10 $см^3$ диэтилового эфира (4.5) в маленький цилиндр с притертой пробкой, который был предварительно промыт эфиром. Взболтать цилиндр и оставить на 1 минуту. В прослойке диэтилового эфира не должен получиться желтый цвет.

Могут использоваться другие способы испытания не перекиси.

Чтобы гарантировать, что диэтиловый эфир был свободный, то необходимо обработать диэтиловый эфир, по крайней мере, за три дня до применения по нижеприведенным методам.

Разрезать цинковую фольгу полосками, чтобы охватывал на пол-оборота бутылки, содержащий диэтиловый эфир, используя приблизительно 8000 $мм^2$ фольги на литр диэтилового эфира.

До применения, полностью погрузить полоски из фольги на 1 минуту в раствор, содержащий 10 г пентагидрат сульфата меди (II) ($CuSo_4 5H_2O$) и 2 $см^3$ концентрированной (98 % массовой доли) серной кислоты на литр. Промыть полоски полностью осторожно водой, поместить влажные покрытые медью полоски в бутылку, содержащий диэтиловый спирт, и оставить полоски в бутылке.

Могут использоваться другие методы, гарантирующие, что они не будут влиять на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

Диэтиловый эфир, содержащий 1 мг антиоксиданта на килограмм, является доступным в некоторых странах, в особенности при определении содержания жира. Данное содержание не исключает его применения для эталонного назначения.

В других странах диэтиловый эфир с высоким содержанием антиоксиданта, до 7 мг/кг является доступным. Такой эфир должен применяться только для обычных определений обязательным контрольным испытанием, выполненного одновременно с определением для исправления систематических ошибок в результате антиоксидантного осадка. Для эталонного назначения, такой диэтиловый эфир должен всегда дистиллироваться до использования.

А.5 Этанол

Этанол, денатуированный иным способом, чем при добавлении метанол может применяться, гарантируя, что денатурант не будет влиять на результаты определения.

Приложение Б
(информационное)

Альтернативная процедура с применением трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омывающие бутылку

Б.1 Общее применение

Если применяются трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омывающие бутылку, то необходимо использовать процедуру, установленную в данном приложении. Трубочки должны быть оснащены пробками или пробками хорошего качества, как предусмотрено для колб в 5.6 (см. Рисунок Б.1 в качестве примера).

Б.2 Процедура

Б.2.1 Приготовление испытательного образца

См. раздел 7.

Б.2.2 Рабочая часть образца

Продолжать как усстановлено в 8.1, но используя трубочки для экстракции жира (см. Примечания к 5.6 и Рисунок Б.1).

Рабочая часть образца помешать по возможности полностью до нижней части трубочки для экстракции жира.

Б.2.3 Контрольное испытание

См. 8.2 и пункт А.2.

Б.2.4 Приготовление сосуда для сбора жира

Смотреть 8.3.

Б.2.5 Определение

Б.2.5.1 Осуществить определение без задержки.

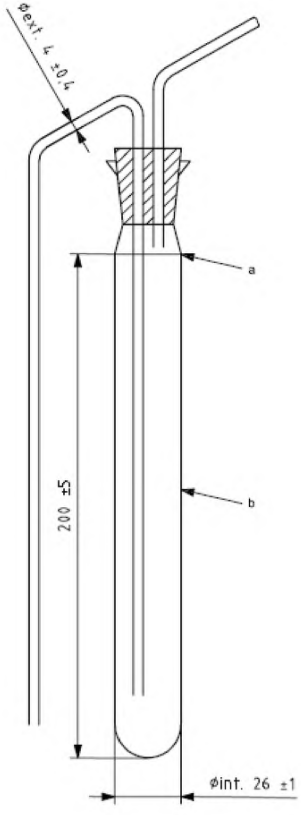
Добавить 10 $см^3$ воды, подогретой до температуры (65 ± 5) °С к рабочей части образца в трубочке для экстракции жира (Б.2.2), для того чтобы промыть рабочую часть образца на нижней части трубопровода. Помешать основательно.

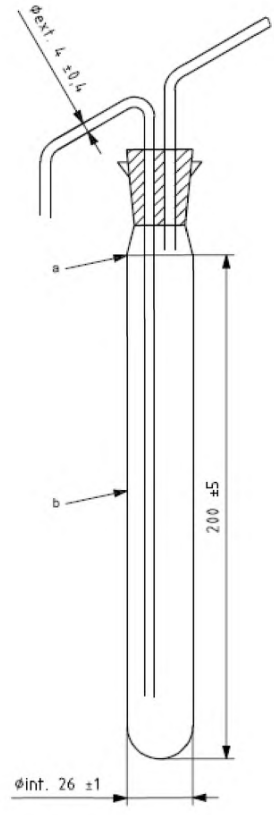
Б.2.5.2 Добавить 2 $см^3$ нашатырного спирта (4.2) к рабочей части образца в трубочке для экстракции жира (Б.2.5.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора нашатырного спирта (см. Примечание к 4.2). Помешать тщательно с предварительно обработанной частью образца в нижней части трубочки для экстракции жира.

Б.2.5.3 Подогреть трубочку до температуры (65 ± 5) °С в водяной бане (5.5) от 15 до 20 минут помешивая. Остудить в проточной воде до температуры от 18 °С до 23 °С.

Б.2.5.4 Добавить этанол (4.3). Помешать осторожно, но тщательно смешиванием в нижней части трубочки для экстракции жира. По желанию, можно добавить 2 капли раствора конго красного (4.3).

Размеры в миллиметрах





а) с сифоновым фитингом

б) с фитингом омывающую бутылку

[а] - вместимость до данного уровня со снятыми фитингами (105 ± 5) см^3.

[б] - толщина стенки (1,5 ± 0,5) мм.

Рисунок Б.1

Б.2.5.5 Добавить 25 см^3 диэтилового эфира (4.5). Закрыть трубочку для экстракции жира корковой пробкой, сатурированной водой или пробкой, сделанной из другого материала смоченной в воде (5.6). Потрясти сильно трубочку, но не переусердствовать, повторными инверсиями в 1 минуту, чтобы избегать образования устойчивой эмульсии. По необходимости, остудить трубочку в проточной воде. Полностью удалить пробку и промыть

ее и горловину трубочки со смешанным раствором (4.7). Использовать промывающую бутылку (5.8), для того чтобы полоскание было внутри трубочки.

Б.2.5.6 Добавить 25 $см^3$ петройлейного эфира (4.6). Закрыть трубочку для экстракции жира, смоченной пробкой (погружением в воду). Потрясти трубочку осторожно 30 сек, как описывается в Б.2.5.5.

Б.2.5.7 Центрифугировать закрытую трубочку для экстракции жира от 1 до 5 минут при радиальном ускорении от 80 до 90 $м/с^2$. Если центрифуга (5.2) не доступна, необходимо оставить колбу в штативе (5.7) на 30 минут, до тех пока всплывающий слой не станет ясным и заметно отделяется от водного слоя. Если необходимо, остудить колбу в проточной воде, до температуры от 18 ˚С до 23 ˚С.

Б.2.5.8 Осторожно вынуть пробку и промыть его и внутренню часть горловины колбы для экстракции жира с небольшим перемешанным растворителем (4.6). Использовать бутылку для промывания, чтобы поток промывания был направлен в колбу.

Б.2.5.9 Вставить сифоновый фитинг или фитинг омывающей бутылки в трубочку для экстракции жира. Протолкнуть длинный внутренний лимб фитинга до тех пор, пока входное отверстие не станет приблизительно 4 мм над поверхностью раздела между слоями. Внутренний лимб фитинга должен быть параллелен к оси трубочки для экстракции жира.

Полностью перенести всплывающий слой из трубочки для экстракции жира в сосуд для сбора жира (смотреть 8.3), содержащий несколько вспомогательных средств для процесса кипения (5.10) в отношении перегонных и конических колб (дополнительно с металлическими чашками). Избегать перелива водного слоя. Промыть выпускное отверстие фитинга небольшим смешанным раствором, собранного промываниями в сосуд для сбора жира.

ПРИМЕЧАНИЕ Всплывающий слой может быть перенесен из трубочки для экстракции жира с использованием, например, резиновой грушей, прикрепленного к короткому стержню с приложением давления.

Б.2.5.10 Ослабить снова фитинг от горлышка трубочки для экстракции жира. Немного поднять фитинг и промыть нижнюю часть его длинного внутреннего лимба смешанным растворителем (4.7). Отпустить и вставить заново фитинг и перелить промывания в сосуд для сбора жира.

Промыть проход фитинга со смешанным раствором, собирая промывания в сосуд для сбора жира. По желанию, удалить растворитель или его часть от сосуда для сбора жира дистилляцией или выпариванием как установлено в 8.4.14.

Б.2.5.11 Снова ослабить фитинг от горлышка. Немного поднять фитинг и добавить 5 $см^3$ этанола в содержимое трубочки для экстракции жира.

Использовать этанол для промывания длинного внутреннего лимба фитинга. Смешать как описывается в Б.2.5.4.

Б.2.5.12 Выполнить вторую экстракцию с повторением процессов, предусмотренных в Б.2.5.5 - Б.2.5.10. Вместо 25 $см^3$, использовать только 15 $см^3$ диэтилового эфира (4.5) и 15 $см^3$ петройлейного эфира (4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть длинный внутренний лимб фитинга во время смещения фитинга из трубочки для экстракции жира после предыдущей экстракции.

Б.2.5.3 Выполнить третью экстракцию без добавления этанола с повторением процессов, предусмотренных в Б.2.5.5 - Б.2.5.10. Опять использовать только 15 $см^3$ диэтилового эфира (4.5) и 15 $см^3$ петройлейного эфира (4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть длинный внутренний лимб фитинга как описывается в Б.2.5.12.

ПРИМЕЧАНИЕ Третья экстракция может быть пропущена для продуктов с содержанием жира менее чем 5 % массовой доли.

Б.2.5.4 Продолжить процесс, как установлено в 8.4.14 – 8.4.16.

Библиография

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

УДК 637.143.2:637.041:543.557:006.354(574) **МКС 65.060**

Ключевые слова: молоко сухое, содержание жира, гравиметрический метод, принцип, реактивы, процедура, приборы, испытательный образец

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