ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 2446-2009

МОЛОКО

Определение содержания жира

МАЛАКО

Вызначэнне змяшчэння тлушчу

(ISO 2446:2008, IDT)

Издание официальное

БЗ 7-2009

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.14.043(083.74)(476) МКС 67.100.10 КП 0 3 IDT

Ключевые слова: молоко, содержание жира, метод определения содержания жира

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 29 декабря 2009 г. № 73

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2446:2008 Milk – Determination of fat content (Молоко. Определение содержания жира).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Продукты пищевые сельскохозяйственные» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной организацией (IDF) совместно с Американской организацией химиков-аналитиков (AOAC INTERNATIONAL).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование 3
7 Отбор проб 5
8 Подготовка испытуемой пробы 5
9 Методика для цельного и частично обезжиренного молока 5
10 Обработка результатов 6
10.1 Метод расчета 6
10.2 Повторяемость 6
10.3 Корректирование результатов 6
10.4 Точность бутирометров для специальных целей 6
11 Модифицированная методика для молока, содержащего консерванты 7
12 Модифицированная методика для молока, которое прошло процесс гомогенизации (см. примечание к разделу 1) 7
13 Модифицированная методика для образцов обезжиренного молока 8
14 Протокол анализа 8
Приложение А (обязательное) Метод проверки вместимости пипетки для молока 9
Библиография 10
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту 11

Введение

Предупреждение. При применении настоящего стандарта могут использоваться вредные вещества, опасные процессы и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и охрану здоровья, а также установление соответствующих ограничений по применению настоящего стандарта несет пользователь.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МОЛОКО
Определение содержания жира

МАЛАКО
Вызначэнне змяшчэння тлушчу

Milk
Determination of fat content

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания жира в молоке (метод Гербера) и включает инструкции по определению соответствующей вместимости пипетки для молока и определение поправок, применяемых к результатам, если содержание жира в молоке не соответствует среднему показателю по содержанию жира (см. 6.1). Проверка вместимости пипетки для молока осуществляется в соответствии с приложением А.

Метод применим к жидкому цельному или частично обезжиренному сырому и пастеризованному молоку. Модифицированный метод может также применяться для:

a) молока, содержащего определенные консерванты (см. раздел 11);

b) молока, которое прошло процесс гомогенизации, в частности стерилизованного молока и молока, подвергнутого высокотемпературной обработке (см. раздел 12);

c) обезжиренного молока (см. раздел 13).

Примечание – Результат, полученный по методу, приведенному в разделе 12 (модифицированный метод для молока, которое прошло процесс гомогенизации), может быть немного завышен по сравнению с действительным значением.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все изменения):

ISO 488:2008 Молоко. Определение содержания жира. Бутирометры Гербера

ISO 1211:1999 Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 метод Гербера (Gerber method): Эмпирический метод, при выполнении которого определяется значение массовой доли или массовой концентрации жира в зависимости от вместимости применяемой пипетки для молока, которое соответствует значению, полученному контрольным методом в соответствии с ISO 1211, или связано с ним определенной зависимостью.

Примечание – Массовая доля жира выражается в граммах на 100 г молока, а массовая концентрация жира – в граммах на 100 мл молока.

4 Сущность метода

Молочный жир разделяется в бутирометре центрифугированием после растворения белка серной кислотой. Разделению способствует добавление небольшого количества изоамилового спирта. Бутирометр градуирован таким образом, что позволяет считывать непосредственно показания содержания жира.

Издание официальное

5 Реактивы

Применяют реактивы только установленной аналитической квалификации, дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Серная кислота

5.1.1 Требования

Серная кислота должна иметь плотность (1,816 ± 0,004) г/мл при 20 °С, которая соответствует массовой доле H_2SO_4 приблизительно (90,4 ± 0,8) %. Кислота должна быть бесцветной или не темнее цвета бледного янтаря, свободна от суспензии и может быть пригодна для использования после проведения анализа по 5.1.2.

5.1.2 Анализ на пригодность

5.1.2.1 Цель анализа

Серная кислота может удовлетворять требованиям 5.1.1 по плотности и внешнему виду, но не подходить для метода Гербера. Поэтому перед использованием необходимо проверить пригодность кислоты путем сравнения со стандартной серной кислотой следующими методами.

5.1.2.2 Стандартная серная кислота

Добавляют серную кислоту (например, H_2SO_4 с массовой долей 98 % и плотностью 1,84 г/мл при 20 °С) к воде, чтобы получить раствор с плотностью, определенной в 5.1.1.

Примечание – Приблизительно 1 л стандартной серной кислоты получается при добавлении 908 мл серной кислоты с массовой долей 98 % к 160 мл воды, при этом проверяют плотность разбавленной серной кислоты подходящим ареометром и при необходимости доводят ее до требуемой плотности, добавляя небольшой объем воды или кислоты с массовой долей 98 %.

5.1.2.3 Методика сравнения

Определяют содержание жира описанным методом Гербера, для чего берут две группы по четыре образца цельного молока со средним содержанием жира, используя бутирометры с погрешностью шкалы не более 0,01 % и стандартный изоамиловый спирт (5.2.6.2). В одной из групп образцов при проведении анализа используют 10 мл испытуемой серной кислоты, а в другой – 10 мл стандартной серной кислоты (5.1.2.2). Бутирометры держат произвольно, начиная со стадии встряхивания. Отмечают показания к ближайшему делению 0,01 % жира (отмечать должны не менее двух человек). Среднее содержание жира в четырех образцах молока, полученное при использовании испытуемой серной кислоты, должно отличаться не более чем на 0,015 % жира от среднего значения, полученного при использовании стандартной серной кислоты.

5.2 Изоамиловый спирт

5.2.1 Состав

Изоамиловый спирт с объемной долей не менее 98 % должен содержать первичные спирты 3-метилбутана-1-ол и 2-метилбутана-1-ол, допускается наличие основных примесей 2-метилпропана-1-ол и бутана-1-ол. Спирт должен быть свободен от вторичных пентанолов, 2-метилбутана-2-ол, фурана-2-ол (фурфурол, фуран-2-карбоксалдегид, 2-фуралдегид), бензина и производных бензола.

Допускается присутствие небольшого количества воды.

5.2.2 Внешний вид

Изоамиловый спирт должен быть чистым и бесцветным.

5.2.3 Плотность

Плотность изоамилового спирта при 20 °С должна составлять от 0,808 до 0,818 г/мл.

5.2.4 Фуран-2-ол и другие органические примеси

При добавлении 5 мл изоамилового спирта к 5 мл серной кислоты (5.1) раствор должен приобретать цвет от желтого до светло-коричневого.

5.2.5 Область дистилляции

Если изоамиловый спирт перегоняется при давлении 101,3 кПа, не менее 98 % спирта (по объему) должно перегоняться ниже температуры 132 °С и не более 5 % (по объему) – ниже 128 °С. После перегонки не должно быть твердого осадка.

Если атмосферное давление во время перегонки выше или ниже 101,3 кПа, установленная температура должна быть понижена или повышена соответственно на 0,3 °С/кПа.

5.2.6 Анализ на пригодность

5.2.6.1 Цель анализа

Изоамиловый спирт может удовлетворять требованиям 5.2.1 – 5.2.5, но не подходить для метода Гербера. Поэтому перед использованием необходимо проверить пригодность изоамилового спирта путем сравнения со стандартным изоамиловым спиртом следующими методами.

5.2.6.2 Стандартный изоамиловый спирт

Перегоняют изоамиловый спирт, удовлетворяющий требованиям 5.2.1 – 5.2.5, применяя соответствующую фракционную колонку и собирая фракцию с температурой кипения от 128 °С до 131,5 °С (см. 5.2.5, второй абзац). Полученная фракция должна соответствовать следующим требованиям:

a) при выполнении анализа методом газожидкостной хроматографии не менее 99 % (по объему) спирта должно состоять из 3-метилбутана-1-ол и 2-метилбутана-1-ол. Допускается присутствие незначительного количества других примесей, кроме 2-метилпропана-1-ол и бутана-1-ол;

b) при проведении сравнения методом по 5.2.6.3 содержание жира в молоке в собранных при перегонке первых 10 % и последних 10 % фракции не должно отличаться более чем на 0,015 %.

Если фракция удовлетворяет обоим требованиям, то спирт может рассматриваться как стандартный изоамиловый спирт. Стандартный изоамиловый спирт может быть использован в течение нескольких лет при условии содержания его в темном и холодном месте.

5.2.6.3 Методика сравнения

Определяют содержание жира описанным методом Гербера, для чего берут две группы по четыре образца цельного молока со средним содержанием жира, используя бутирометры с погрешностью шкалы не более 0,01 % и стандартную серную кислоту (5.1.2.2). В одной из групп образцов при проведении анализа используют 1 мл изоамилового спирта, а в другой – 1 мл стандартного изоамилового спирта (5.2.6.2).

Бутирометры держат произвольно, начиная со стадии встряхивания. Отмечают показания к ближайшему делению 0,01 % жира (отмечать должны не менее двух человек).

Среднее значение содержания жира в четырех образцах молока, полученное при использовании изоамилового спирта, должно отличаться не более чем на 0,015 % от среднего значения, полученного при использовании стандартного изоамилового спирта.

Вместо изоамилового спирта допускается применять искусственный изоамиловый спирт или заменитель изоамилового спирта, при необходимости окрашенный, если экспериментально подтверждено, что его применение не ведет к значительным различиям в результатах определения.

6 Оборудование

6.1 Пипетка для молока

6.1.1 Пипетка (типа колбы) для молока должна иметь одну градуировочную отметку, и ее вместимость должна быть определена по объему воды в миллилитрах, которая выливается пипеткой при 20 °С при ее опорожнении, как указано в приложении А.

Вместимость пипетки, определенная методом в соответствии с приложением А, не должна отличаться от номинальной вместимости, установленной в соответствии с 6.1.3, более чем на 0,03 мл.

6.1.2 Вместимость пипетки для молока должна быть такой, чтобы при использовании пипетки в соответствии с 9.2 (т. е. используется верхняя часть мениска при совпадении уровня молока с градуировочной отметкой) и какого-либо принятого способа выражения результата (см. раздел 3), действительное значение содержания жира соответствовало значению, полученному при применении контрольного метода с использованием цельного молока, содержание жира которого эквивалентно принятому среднему значению жира в молоке.

При использовании некоторых пипеток для молока можно наблюдать нижнюю часть мениска во время вытекания молока из пипетки. Если используются подобные пипетки, их вместимость должна быть такой, чтобы среднее значение содержания жира при использовании пипеток с молоком удовлетворяло вышеуказанному требованию.

6.1.3 В каждой стране должна быть установлена соответствующая вместимость (см. 6.1.1 и 6.1.2) пипетки для молока при выполнении сравнительных определений с применением описанного метода Гербера и контрольного метода в соответствии с ISO 1211 в отношении значительного количества видов цельного молока с различным содержанием жира. Для установления соответствующей вместимости пипетки для молока должны быть использованы статистические данные анализов результатов определений в сочетании со сведениями по стране о среднем значении содержания жира в молоке.

Такие сравнительные определения на цельном молоке вместе с аналогичными определениями на частично обезжиренном и обезжиренном молоке дадут поправки, применяемые к результатам, полученным по методу Гербера, если содержание жира в молоке не соответствует среднему значению содержания жира. Для таких сравнительных определений должны применяться бутирометры с погрешностью шкалы менее 0,01 %.

6.1.4 Если значение массовой доли жира выражено в граммах на 100 мл молока, следует установить необходимость сравнения с контрольным методом.

6.2 Бутирометр и стопор в соответствии с ISO 488.

Необходимо использовать бутирометр с диапазоном шкалы, соответствующим предполагаемому содержанию жира в пробе. Для частично обезжиренного молока следует использовать бутирометр с диапазоном шкалы от 0 % до 0,5 %.

В бутирометрах с рифленой горловиной могут быть использованы стопоры или твердые односторонние или двухсторонние резиновые пробки.

В бутирометрах с гладкой горловиной рекомендуется использовать стопоры.

6.3 Автоматическое средство измерения или **предохранительная пипетка** с возможностью дозирования (10,0 ± 0,2) мл, при использовании обезжиренного молока – (20,0 ± 0,2) мл серной кислоты (5.1).

6.4 Автоматическое средство измерения или **предохранительная пипетка** с возможностью дозирования (1,0 ± 0,05) мл, при использовании обезжиренного молока – (2,0 ± 0,2) мл изоамилового спирта (5.2).

6.5 Предохранительная подставка для встряхивания бутирометров (6.2).

6.6 Центрифуга, в которой бутирометры могут вращаться, снабженная индикатором частоты вращения, градуированная в единицах числа оборотов в минуту, с максимальным допускаемым значением отклонения ±50 об/мин и предпочтительно с вертикальной, а не с горизонтальной загрузкой.

Конструкция центрифуги должна быть такой, чтобы температура содержимого бутирометра после центрифугирования (см. 9.6) была от 30 °С до 50 °С.

При полной загрузке центрифуга должна работать в течение 2 мин с относительным ускорением (350 ± 50) g с наружной стороны стопора бутирометра. Такое ускорение производится центрифугами с эффективным радиусом (горизонтальное расстояние между центром шпинделя центрифуги и наружной стороной стопора бутирометра) при частоте вращения, значения которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Эффективные радиусы центрифуги и частота вращения при ускорении (350 ± 50) g

Эффективный радиус, мм	Частота вращения, ±70 об/мин
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

Примечание – Относительное ускорение центрифуги рассчитывается по формуле

$$1{,}12rn^2 \times 10^{-6}, \quad (1)$$

где r – эффективный радиус, мм;
n – частота вращения, об/мин.

6.7 Водяная баня для бутирометров с возможностью поддержания температуры (65 ± 2) °С, удерживающая бутирометры (6.2) в вертикальном положении с полностью погруженными шкалами.

6.8 Термометр, пригодный для установки в водяную баню (6.7).

6.9 Водяная баня для подготовки испытуемых проб (при необходимости) (см. 8.1).

7 Отбор проб

Представительная проба должна направляться в лабораторию. Она не должна быть повреждена или подвергнута изменениям во время транспортирования и хранения.

Отбор проб не является частью методики, установленной в настоящем стандарте. Рекомендации по методу отбора приведены в [1].

8 Подготовка испытуемой пробы

8.1 Нагревают лабораторную пробу до температуры от 20 °С до 30 °С, используя при необходимости водяную баню. Тщательно, но осторожно перемешивают молоко, переворачивая колбу с пробой и не вызывая вспенивания или сбивания жира. Если трудно размешать слой сливок или в молоке наблюдаются признаки незначительного сбивания, нагревают молоко до температуры от 34 °С до 40 °С на водяной бане и слегка перемешивают; при необходимости для рассеивания жира допускается использовать устройство для перемешивания. После того как однородное распределение жира достигнуто, быстро устанавливают температуру молока около 20 °С (приблизительно 27 °С для тропических стран, что соответствует температуре калибровки пипеток для молока в данных странах). По достижении указанной температуры оставляют молоко для того, чтобы поднялись пузырьки воздуха. Как правило, для этого достаточно 3 – 4 мин, но может потребоваться до 2 ч с последующей регулировкой температуры, если было использовано устройство для перемешивания.

Примечание – Если после приготовления испытуемой пробы на стенках флакона с пробой видны белые частицы или жидкий жир виден на поверхности пробы, действительное значение содержания жира не может быть рассчитано.

8.2 После подготовки испытуемой пробы необходимо немедленно начать выполнение соответствующего метода, приведенного в разделах 9, 11, 12 или 13, и закончить работы без перерыва.

9 Методика для цельного и частично обезжиренного молока

Внимание. Необходимо принять меры предосторожности, например использовать защитную маску для лица от случайного выброса серной кислоты

9.1 Отмеряют (10 ± 0,2) мл серной кислоты (5.1) в бутирометр (6.2), используя автоматическое средство измерения или предохранительную пипетку (6.3), таким образом, чтобы кислота не смачивала горловину бутирометра и не попал воздух.

9.2 Осторожно переворачивают флакон с подготовленной пробой (раздел 8) три или четыре раза и немедленно отмеряют требуемый объем молока в бутирометр, как описано ниже.

Втягивают молоко в пипетку для молока (6.1) выше уровня градуировочной отметки и протирают наружную сторону выпускного носика, чтобы на ней не осталось молока. Пипетку удерживают вертикально с градуировочной отметкой на уровне глаз, чтобы тонкий конец носика касался внутренней стороны горловины наклоненного флакона с пробой, и позволяют молоку вытекать из пипетки, пока верхняя граница мениска (но не нижняя, которую трудно увидеть) не совпадет с градуировочной отметкой (см. 6.1.2).

Извлекают носик пипетки из флакона с пробой, затем, удерживая бутирометр в вертикальном положении и пипетку под углом около 45°, чтобы тонкий конец носика был точно ниже дна горловины бутирометра, позволяют молоку слегка стечь вниз бутирометра для создания слоя на поверхности кислоты для предотвращения смешивания с кислотой. Через 3 с после того, как истечение прекратится, касаются узким концом пипетки нижней части горловины и затем достают пипетку. Не допускают попадания молока на горловину бутирометра.

9.3 Отмеряют (1 ± 0,05) мл изоамилового спирта (5.2) в бутирометр, используя автоматическое средство измерения или предохранительную пипетку (6.4). Не допускают попадания изоамилового спирта на горловину бутирометра и смешивания жидкостей в бутирометре на этой стадии.

9.4 Надежно закупоривают бутирометр, не смешивая его содержимое. Если используется двухсторонняя пробка, закручивают ее, пока самая широкая часть не достигнет уровня вершины горловины. Если используется стопор, вставляют его, пока край не соприкоснется с горловиной бутирометра.

9.5 Встряхивают и переворачивают бутирометр, защищенный соответствующим образом (6.5) на случай поломки или ослабления стопора, пока его содержимое не перемешается тщательно и полностью не растворится белок, т. е. до исчезновения белых частиц.

9.6 Немедленно помещают бутирометр в центрифугу (6.6), приводят ее к рабочей скорости, требуемой для относительного ускорения (350 ± 50) g в течение 2 мин, и поддерживают эту скорость в течение 4 мин.

9.7 Извлекают бутирометр из центрифуги и, если необходимо, регулируют движением стопора столбик жира на шкале. Помещают бутирометр стопором вниз в водяную баню (6.7) при температуре (65 ± 2) °С на время не менее 3 мин и не более 10 мин; уровень воды должен быть выше верхней части столбика жира.

9.8 Извлекают бутирометр из водяной бани и регулируют стопор так, чтобы нижняя часть столбика жира переместилась к верхнему делению шкалы. Если используется твердая резиновая пробка, рекомендуется ее слегка вытянуть и не проталкивать в горловину. Если используется стопор, вставляют ключ и прилагают достаточное усилие, чтобы поднять столбик жира до требуемого положения.

Отмечают показание на шкале, совпадающее с нижней частью столбика жира, и затем осторожно, чтобы не сдвинуть столбик жира, быстро отмечают показание на шкале, совпадающее с нижней точкой мениска в верхней части столбика жира. Показания в верхней части столбика приравнивают к половине ближайшего деления шкалы. При отсчете бутирометр удерживают вертикально, при этом граница столбика жира должна находиться на уровне глаз (см. 10.1).

Примечание – Если жир мутный или темного цвета при наличии примесей на дне столбика жира, значение содержания жира не может быть достоверным.

9.9 Если требуется проверка полученного значения, повторно помещают бутирометр в водяную баню (6.7) при температуре (65 ± 2) °С на время не менее 3 мин и не более 10 мин, извлекают его из бани и снова отмечают показания, как указано в 9.8.

9.10 Необходимо периодически проводить сравнительные определения методом Гербера в соответствии с настоящим стандартом и контрольным методом согласно ISO 1211, чтобы убедиться, что метод Гербера удовлетворяет определению, приведенному в 3.1.

10 Обработка результатов

10.1 Метод расчета

Содержание жира в молоке составляет

$$B - A,$$

где A – показание по нижней границе столбика жира;

B – показание по верхней границе столбика жира.

Содержание жира выражается в граммах жира на 100 г молока или в граммах жира на 100 мл молока, в зависимости от единиц измерения, нанесенных на шкале пипетки для молока.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с применением одного метода на идентичных образцах в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании за короткий интервал времени, не должна превышать значение, соответствующее одному наименьшему делению шкалы бутирометра. Если используется бутирометр с погрешностью шкалы менее 0,01 % (например, см. 6.1.3), разность между результатами двух определений, полученных как определено выше, не должна превышать значение, соответствующее половине наименьшего деления шкалы.

10.3 Корректирование результатов

Если полученное значение находится за пределами диапазона, в котором результаты, полученные с помощью пипетки для молока, соответствуют результатам, полученным контрольным методом, то при необходимости могут быть внесены соответствующие поправки (см. 6.1.3).

10.4 Точность бутирометров для специальных целей

Для сравнительных определений, указанных в 9.10, и для других специальных целей, когда необходимо получить как можно более точное значение жира по методу Гербера, используют бутирометр с погрешностью шкалы менее 0,01 % и показанием бутирометра по меньшей мере 0,01 % жира. Если необходимо, следует провести корректировку, как описано в 10.3.

11 Модифицированная методика для молока, содержащего консерванты

11.1 В определенных случаях для цельного и частично обезжиренного молока, сырого или пастеризованного, к которому добавлены консерванты (например, бихромат калия, хлорид ртути (II) или смесь двух данных реактивов), применяют следующую методику. Методика применима, если концентрация консерванта в молоке, продолжительность и условия хранения консервированного молока таковы, что результат определения будет аналогичен результату, который был бы получен для свежего молока без консервантов.

Если молоко, содержащее консерванты, прошло процесс гомогенизации, следует применять методику, приведенную в разделе 12, но при этом необходимо убедиться в полном растворении белка на соответствующей стадии согласно 11.4.

Если молоко, содержащее консерванты, обезжирено, следует применять методику, приведенную в разделе 13, но при этом необходимо убедиться в полном растворении белка на соответствующей стадии согласно 11.4.

11.2 Применяют реактивы и приборы, указанные в разделах 5 и 6.

11.3 Подготавливают испытуемую пробу в соответствии с разделом 8. Молоко, содержащее консерванты, обычно требует медленного нагрева до температуры от 35 °С до 40 °С для полного рассеивания слоя сливок.

11.4 Выполняют процедуру, приведенную в разделе 9. Если молоко содержит консерванты, то могут возникнуть трудности в достижении полного растворения белка (см. 9.5). В таком случае помещают бутирометр стопором вниз в водяную баню (6.7) при температуре (65 ± 2) °С, периодически встряхивая и переворачивая бутирометр до исчезновения белых частиц. Затем выполняют процедуры по 9.6 – 9.9.

Если время нахождения в водяной бане, требуемое для растворения белка, превысит 10 мин, то метод не даст точный результат и неприменим к пробе.

11.5 Рассчитывают содержание жира согласно 10.1. Применяют требования 10.2 – 10.4.

12 Модифицированная методика для молока, которое прошло процесс гомогенизации (см. примечание к разделу 1)

12.1 Применяют реактивы и оборудование, приведенные в разделах 5 и 6 соответственно.

12.2 Подготавливают пробы, как указано в разделе 8.

12.3 Выполняют процедуру, приведенную в 9.1 – 9.8, и получают первое значение содержания жира.

Если определение выполняется одновременно на нескольких пробах, к считыванию значений для первой пробы из серии проб приступают спустя 3 мин. После считывания каждый бутирометр повторно помещают в водяную баню (6.7) при температуре (6,5 ± 2) °С. Максимальное количество бутирометров должно быть таким, чтобы показания с них можно было считать до установленного временного предела (9.7).

12.4 Повторяют процедуру, приведенную в 9.6 – 9.8, и получают второе значение содержания жира. Если второе значение не превышает первое более чем на половину наименьшего деления шкалы, то второе значение должно быть записано как содержание жира в молоке.

12.5 Если второе значение превышает первое более чем на половину наименьшего деления шкалы, повторяют процедуру, приведенную в 9.6 – 9.8, и получают третье значение содержания жира. Если третье значение не превышает второе более чем на половину наименьшего деления шкалы, то третье значение должно быть записано как содержание жира в молоке.

12.6 Если третье значение превышает второе более чем на половину наименьшего деления шкалы, повторяют процедуру, приведенную в 9.6 – 9.8, и получают четвертое значение содержания жира. Четвертое значение должно быть записано как содержание жира в молоке, но если это значение превышает третье более чем на половину наименьшего деления шкалы, то точность вызывает сомнение.

12.7 Рассчитывают содержание жира согласно 10.1. Применяют требования 10.2 – 10.4.

Примечание – Если после центрифугирования, проведенного несколько раз, жир мутный или темного цвета или если присутствует белый или черный материал на дне столбика жира, значение содержания жира не будет точным.

13 Модифицированная методика для обезжиренного молока

13.1 Используют автоматические средства измерения или предохранительные пипетки (6.3 и 6.4) с возможностью дозирования (20,0 ± 0,2) мл серной кислоты (5.1) и (2,0 ± 0,05) мл изоамилового спирта (5.2) соответственно для бутирометра со шкалой от 0 % до 0,5 % (6.2).

13.2 Используя пипетку для молока (6.1), добавляют порцию пробы вдвое больше обычного объема (2 × 10,77) мл, приготовленную, как описано в разделе 8, при 20 °С в бутирометр.

13.3 Выполняют процедуры, приведенные в 9.1 – 9.7. Затем извлекают бутирометр из водяной бани, немедленно повторяют центрифугирование (9.6), устанавливают необходимую температуру (9.7) и продолжают выполнение процедур согласно 9.8 – 9.10.

13.4 Рассчитывают содержание жира, как приведено в 10.1. Применяют соответствующую поправку, определенную с помощью статистического анализа результатов сравнительных определений на обезжиренном молоке с различным содержанием жира методом Гербера (см. 10.3) и методом Розе-Готлиба по ISO 1211 (см. 6.1.3).

Если в бутирометре недостаточно жира, чтобы прочитать показания по шкале, содержание жира не может быть рассчитано по 10.1; в таком случае записывают показания содержания жира как, например, «ноль», «незначительное количество», «менее измеряемого количества».

14 Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать следующую информацию:

a) всю информацию, требуемую для полной идентификации пробы;

b) применяемый метод отбора проб, если он известен;

c) применяемый метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все особенности методики, не приведенные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также описание любой ситуации, которая могла повлиять на результат (ы);

e) полученные результаты анализа;

f) способ выражения содержания жира (массовая доля или массовая концентрация);

g) вместимость пипетки для молока;

h) диапазон шкалы бутирометра;

i) указание на то, проводилось ли корректирование результата по 10.3, а также выполнялась ли процедура по 10.4;

j) все наблюдения, которые свидетельствуют о том, что получен результат сомнительной точности (например, см. примечания к 8.1, 9.8 и 12.7, 11.4 (второй абзац) и 12.6).

Приложение А
(обязательное)

Метод проверки вместимости пипетки для молока

А.1 Выполняют следующие операции с водой и пипеткой при комнатной температуре.

А.2 Набирают дистиллированную воду в тщательно очищенную пипетку для молока до уровня на несколько миллиметров выше градуировочной отметки, затем протирают внешнюю сторону носика пипетки, чтобы очистить ее от воды. Пипетку удерживают вертикально с градуировочной отметкой на уровне глаз и дают воде вытекать из пипетки, пока нижняя точка мениска не совпадет с градуировочной отметкой. Удаляют воду, оставшуюся на верхней части носика, быстро поднеся верхнюю часть носика вплотную к внутренней стороне наклоненного стеклянного стакана.

А.3 Вертикально удерживая пипетку, чтобы при этом верхняя часть носика касалась внутренней стороны наклоненного флакона для взвешивания (предварительно взвешенного), дают воде свободно вытекать из пипетки, пока не прекратится видимое истечение. Через 3 с удаляют флакон для взвешивания от носика, закрывают флакон, взвешивают его и подсчитывают массу воды, вытекшей из пипетки. Записывают температуру воды с точностью до 0,1 °С. Используя соответствующие таблицы, применяемые при калибровке объемной стеклянной посуды, рассчитывают вместимость пипетки в миллилитрах как объем вытекшей из пипетки воды при 20 °С (27 °С в тропических странах).

Библиография

[1] ISO 707:1997 (ISO 707IDF 50) Milk and milk products – Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 1211:2006 Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)	IDT	СТБ ISO 1211-2008 Молоко. Определение содержания жира гравиметрическим методом (контрольный метод)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 25.02.2010. Подписано в печать 10.03.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,80 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552634 от 17.11.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru