МКС 67.100.01

к СТБ ISO 1735-2011 Сыры и сыры плавленые. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Обложка	–	**(ISO 1735:2004, IDT)**

(ИУ ТНПА № 6-2011)

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 1735-2011

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ

**Определение содержания жира.
Гравиметрический метод (контрольный метод)**

СЫРЫ І СЫРЫ ПЛАЎЛЕНЫЯ

**Вызначэнне змяшчэння тлушчу.
Гравіметрычны метад (кантрольны метад)**

Издание официальное

БЗ 8-2010



Госстандарт
Минск

УДК 637.358.043.074(083.74)(476) МКС 67.100.01 КП 03 IDT

Ключевые слова: сыр, плавленый сыр, определение, гравиметрический метод, массовая доля жира, обработка результатов, альтернативный метод

ОКП РБ 15.51.40

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 научно-производственным республиканским дочерним унитарным предприятием «Институт мясо-молочной промышленности» Республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию» (РУП «Институт мясо-молочной промышленности»)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН и ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 мая 2011 г. № 25

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method) (Сыры и плавленые сыры. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Международной организацией по стандартизации (ISO), Международной молочной федерацией (IDF) в сотрудничестве с Международной ассоциацией аналитических сообществ (AOAC International).

Перевод с английского языка (en).

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

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2011

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

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка образца 3
9 Методика 3
9.1 Рабочая проба 4
9.2 Контрольное испытание 4
9.3 Подготовка сосуда для сбора жира 4
9.4 Определение 4
10 Обработка результатов 7
10.1 Расчет 7
10.2 Выражение результатов 7
11 Прецизионность 7
11.1 Межлабораторные испытания 7
11.2 Повторяемость 7
11.3 Воспроизводимость 7
12 Протокол испытания 7
Приложение А (обязательное) Дополнительные процедуры 8
Приложение В (справочное) Альтернативная процедура с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания 10
Приложение С (справочное) Межлабораторные испытания 13
Библиография 14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ
Определение содержания жира.
Гравиметрический метод (контрольный метод)

СЫРЫ І СЫРЫ ПЛАЎЛЕНЫЯ
Вызначэнне змяшчэння тлушчу.
Гравіметрычны метад (кантрольны метад)

Cheese and processed cheese products
Determination of fat content
Gravimetric method (reference method)

Дата введения 2012-01-01

ВНИМАНИЕ! Использование настоящего стандарта может быть связано с опасными материалами, операциями и оборудованием. В настоящем стандарте приведены не все меры безопасности, связанные с его применением. Обязанностью пользователя является обеспечение мер безопасности и охраны труда и определение необходимых ограничений.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания жира в сырах и плавленых сырах с содержанием лактозы менее 5 % (массовая доля) в сухом обезжиренном веществе.

2 Нормативные ссылки

Приведенный ниже стандарт обязателен для применения в настоящем стандарте. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 3889:2006 Молоко и молочные продукты. Технические условия на колбы типа Можонье для экстрагирования жира

3 Термины и определения

В настоящем стандарте используют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание жира в сыре и плавленых сырах: Массовая доля жира, определенная методом, установленным настоящим стандартом.

Примечание – Содержание жира – массовая доля жира, выраженная в процентах.

4 Сущность метода

Пробу смешивают с соляной кислотой, затем добавляют этанол. Кислотно-этиловый раствор извлекают диэтиловым эфиром и петролейным эфиром, растворители удаляют путем дистилляции или испарения. При этом определяют массу экстрагированных веществ. Этот процесс известен как метод Шмидт – Бондзинского – Рацлафф.

5 Реактивы

Следует применять реактивы только признанного аналитического качества, а также дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты. Реактивы не должны оставлять заметного осадка, когда определение будет выполнено указанным методом (5.1).

Издание официальное

5.1 Чистота реактивов

Для проверки качества реактивов необходимо провести контрольное испытание, описанное в 9.2. Следует использовать пустой сосуд для сбора жира, подготовленный как указано в 9.3, для контролирования массы.

Реактивы не должны оставлять осадка массой более 0,5 мг (А.1, приложение А).

Если масса осадка после проведения контрольного испытания реактива составляет более 0,5 мг, необходимо определить массу осадка каждого растворителя отдельно путем дистилляции 100 мл диэтилового эфира и петролейного эфира соответственно. Используют пустой сосуд для определения фактической массы осадка, которая не должна превышать 0,5 мг. Заменяют несоответствующие реактивы, растворители или повторно дистиллируют растворители.

Растворители могут содержать летучие вещества, которые прочно удерживаются в жире. Если имеются признаки, указывающие на содержание таких веществ, необходимо провести испытания всех реактивов и растворителей с использованием сосуда для сбора жира и приблизительно 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Используют растворители сразу после повторной дистилляции.

5.2 Концентрированная соляная кислота, ρ_{20} (HCl) = 1,18 г/мл.

5.3 Разбавленная соляная кислота, ρ_{20} (HCl) = приблизительно 1,125 г/мл.

Разбавляют 675 мл концентрированной соляной кислоты (5.2) до 1 000 мл водой и перемешивают.

5.4 Этанол или денатурированный метанолом этанол с массовой долей этанола не менее 94 % (по объему) (А.5).

5.5 Диэтиловый эфир, свободный от пероксидов (А.4), соответствующий требованиям контрольного испытания.

5.6 Петролейный эфир с диапазоном температур кипения от 30 °С до 60 °С или, в качестве эквивалента **пентан** [$CH_3(CH_2)CH_3$] с температурой кипения 36 °С.

Примечание – Применение пентана рекомендуется в связи с тем, что он отличается более высокой чистотой и стабильным качеством.

5.7 Смешанный растворитель, приготовленный незадолго до применения посредством смешивания равных объемов диэтилового эфира (5.5) и петролейного эфира (5.6).

6 Оборудование

ВНИМАНИЕ! В процессе определения используют летучие воспламеняющиеся растворители, поэтому все применяемые электроприборы должны отвечать требованиям правил безопасности при использовании таких растворителей.

Стандартным лабораторным оборудованием являются:

6.1 Аналитические весы, с точностью взвешивания до 1 мг и с наименьшим пределом взвешивания до 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная фиксировать колбы или пробирки для экстрагирования жира (6.6) и обеспечивать центрифугирование с частотой вращения 500 – 600 мин$^{-1}$, что позволяет создавать радиальное ускорение 80 – 90 *g* на внешнем конце колб или пробирок.

Примечание – Рекомендуется применять центрифугу, хотя это и не обязательно (9.4.7).

6.3 Аппарат для перегонки или испарения применяют для дистилляции растворителей и этанола из перегонной или конической колбы или для выпаривания из химических стаканов и чашек (9.4.13) при температуре, не превышающей 100 °С.

6.4 Сушильная печь, с электрическим подогревом, с вытяжкой, обеспечивающая температуру (102 ± 2) °С в рабочей зоне. Печь должна быть оснащена соответствующим термометром.

6.5 Кипящая водяная баня или **электроплитка**.

6.6 Колбы типа Можонье **для экстрагирования жира** в соответствии с ISO 3889.

Примечание – Можно также использовать пробирки для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания, но в этом случае применяется другой способ. Описание альтернативной процедуры приведено в приложении В.

Колбы для экстрагирования жира должны быть оснащены качественными корковыми пробками или пробками из другого материала, не подвергающиеся воздействию используемых реактивов. Корковые пробки должны быть обработаны диэтиловым эфиром (5.5), выдержаны в воде при температуре 60 °С или более в течение не менее 15 мин, а затем охлаждены в воде для насыщения водой перед использованием.

6.7 Штатив для размещения колб (пробирок) для экстрагирования жира (6.6).

6.8 Приспособление для промывания, подходящее для использования со смешанным растворителем (5.7). Не допускается использовать пластиковое приспособление для промывания.

6.9 Сосуды для сбора жира, перегонные колбы с плоским дном, емкостью 125 – 250 мл, конические колбы емкостью 250 мл или металлические чашки из нержавеющей стали с плоским дном диаметром 80 – 100 мм, высотой около 50 мм. Не допускается использовать алюминиевую посуду.

6.10 Материал, облегчающий кипение: обезжиренный непористый фарфор или карбид кремния (при использовании металлических чашек можно не применять).

6.11 Цилиндры мерные вместимостью 5 и 25 мл.

6.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 мл.

6.13 Щипцы металлические для удерживания колб, химических стаканов и чашек.

6.14 Пленка целлюлозная, нелакированная, растворимая в соляной кислоте, толщиной 0,03 – 0,05 мм, размером 50 × 75 мм. В условиях испытаний пленка должна оставаться инертной.

6.15 Устройство для измельчения или натирания образцов для испытаний, которое легко моется.

7 Отбор проб

Представительная проба для испытания должна быть без признаков порчи и других изменений.

Отбор проб не является составной частью метода, рассматриваемого в этом стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [1].

Образцы должны храниться при температуре от 0 °С до 20 °С с момента отбора до начала проведения испытаний.

8 Подготовка образца

Перед проведением анализа удаляют корку, липкий или заветревшийся верхний слой сыра таким образом, чтобы испытуемый образец сыра соответствовал качеству при реализации продукта.

Измельчают или натирают образец, используя соответствующее устройство для измельчения или натирания (6.15). Быстро перемешивают полученную массу, если это необходимо при испытании полутвердых или твердых сыров, натирают массу повторно и снова тщательно перемешивают. Твердые и полутвердые сорта сыра желательно разрезать на кубики 15 × 15 мм. Перемешивают кубики, встряхнув контейнер. Измельчают или натирают испытуемый образец, как указано выше. Очищают устройство для измельчения или натирания после приготовления каждого образца.

Если образец невозможно измельчить или натереть, необходимо интенсивно растереть массу с помощью пестика в ступке. Следует проявлять осторожность, чтобы избежать потери влаги.

Хранить образец следует в герметичном контейнере до начала анализа, который должен быть проведен как можно скорее после приготовления образца.

Если задержка неизбежна, необходимо принять все меры предосторожности, чтобы обеспечить надлежащую сохранность образца. Охлажденный образец необходимо довести до комнатной температуры, тщательно перемешать, устранив потерю влаги внутри продукта, которая происходит во время охлаждения и нагревания. Необходимо убедиться, что конденсат влаги на внутренней поверхности контейнера тщательно и равномерно повторно перемешан в испытуемом образце. Не следует проводить испытания натертого сыра с наличием плесени и признаками порчи.

Весь процесс подготовки образцов должен осуществляться при минимальной потере влаги. Потеря влаги способствует увеличению предполагаемого содержания жира.

9 Методика

Примечание – Описание альтернативной процедуры с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания указано в приложении В.

9.1 Рабочая проба

Смешивают образец (8) легким перемешиванием. Сразу после этого взвешивают образец от 1 до 3 г с точностью 1 мг непосредственно в колбе для экстрагирования жира (6.6) вместимостью 100 мл.

Отмеривают 3 г пробы для испытания сыров с массовой долей жира до 30 %. Для сыров с массовой долей жира более 30 % необходимо подобрать массу пробы так, чтобы масса экстрагированного жира составила 750 – 1 000 мг.

Пробы могут быть взвешены на листе целлюлозной пленки (6.14), который впоследствии складывают и помещают в выбранный сосуд. По возможности пробу переносят в нижний (малый) сосуд колбы для экстрагирования жира.

9.2 Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят одновременно с определением, используя ту же последовательность и те же реактивы, но опуская рабочую часть образца (А.2).

Если значение, полученное в контрольном испытании, постоянно превышает 1,0 мг, то следует проверить реактивы, если это не было сделано раньше (5.1). Информацию об отклонении более чем на 2,5 мг в контрольном испытании следует отметить в протоколе испытания.

9.3 Подготовка сосуда для сбора жира

Сушат сосуд для сборки жира (6.9) с добавлением материала, облегчающего кипение (6.10), в сушильной печи (6.4) в течение 1 ч при температуре 102 °С.

Примечание – Рекомендуется применять материалы, облегчающие кипение, чтобы поддерживать плавное кипение во время последующего удаления растворителей, в частности при использовании стеклянных сосудов для сбора жира. При использовании металлических чашек их использование не обязательно.

Сосуд для сбора жира защищают от пыли и дают ему охладиться до комнатной температуры (стеклянный сосуд для сбора жира охлаждают не менее 1 ч, а металлические чашки – не менее 30 мин).

Запрещается сосуд для сбора жира помещать в эксикатор для исключения недостаточного охлаждения или переохлаждения.

Для переноса сосуда для сбора жира на весы используют щипцы, чтобы избежать изменений температуры. Сосуд для сбора жира взвешивают с точностью до 1,0 мг.

9.4 Определение

9.4.1 В зависимости от формы экстракционного аппарата и размера рабочей пробы для анализа добавляют 8 – 10 мл разведенной соляной кислоты (5.3). Добавляют соляную кислоту так, чтобы она омывала пробу в малой шарообразной части колбы для экстрагирования жира (6.6) или на дне стакана (колбы), и перемешивают.

9.4.2 Нагревают на кипящей водяной бане, или электроплитке (6.5), или над открытым огнем, аккуратно двигая колбу для экстрагирования жира или сосуд (во избежание подгорания) до тех пор, пока все частицы не растворятся полностью.

Примечание – Некоторые колбы для экстрагирования жира типа Можонье запрещается нагревать над открытым огнем.

9.4.3 Дают колбе или сосуду постоять на кипящей водяной бане (6.5) в течение 20 – 30 мин или продолжают осторожно кипятить на огне или электроплитке (6.5) в течение 10 мин. Охлаждают под проточной водой.

9.4.4 Если растворение производилось в колбе для экстрагирования жира, добавляют 10 мл этанола (5.4). Осторожно, но тщательно перемешивают, позволяя при этом содержимому колбы для экстрагирования жира перемещаться вперед и назад между малым и большим сосудом. Не допускается слишком близко приближать жидкость к горловине колбы. Продолжают процедуру, как описано в 9.4.5.

Кроме того, если растворение производилось в сосуде, отличном от колбы для экстрагирования жира (6.6), необходимо вылить содержимое сосуда в колбу для экстрагирования жира. Затем ополаскивают сосуд 10 мл этанола (5.4). Осторожно, но тщательно перемешивают, позволяя при этом содержимому колбы для экстрагирования жира перемещаться вперед и назад между малым и большим сосудом. Не допускается, чтобы жидкость подходила слишком близко к горловине колбы. Затем ополаскивают сосуд 25 мл диэтилового эфира (5.5) и выливают содержимое сосуда в колбу для экстрагирования жира, промывая край или ободок дополнительным количеством диэтилового эфира. Закрывают колбу для экстрагирования жира корковой пробкой, насыщенной водой, или пробкой из другого материала, смоченной в воде (6.6), и встряхивают содержимое, как описано в 9.4.5. Затем опо-

ласкивают сосуд 25 мл петролейного эфира (5.6) и выливают растворитель в колбу для экстрагирования жира, промывая край или ободок дополнительным количеством петролейного эфира. Снова закрывают колбу для экстрагирования жира и встряхивают содержимое, как описано в 9.4.6. Затем начинают центрифугирование, как описано в 9.4.7.

9.4.5 Добаляют 25 мл диэтилового эфира (5.5). Закрывают колбу для экстрагирования жира корковой пробкой, насыщенной водой, или пробкой из другого материала, смоченной в воде (6.6).

Чтобы не допустить образования стойких эмульсий колбу сильно встряхивают в течение 1 мин. При встряхивании следует держать колбу для экстрагирования жира в горизонтальном положении малым сосудом, направленным кверху, периодически давая жидкости переливаться из большого сосуда в малый. При необходимости колбу охлаждают под проточной водой.

Пробку осторожно вынимают и промывают ее и горловину колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Приспособление для промывания (6.8) используют так, чтобы промывная жидкость стекала в колбу.

9.4.6 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5. 6). Колбу для экстрагирования жира закрывают смоченной (путем окунания в воду) пробкой.

Аккуратно перемешивают содержимое, как описано в 9.4.5, но только в течение 30 с.

9.4.7 Закрытую колбу для экстрагирования жира центрифугируют в течение 1 – 5 мин с частотой вращения 500 – 600 мин$^{-1}$. Если центрифуги нет, допускается закрытую колбу выдерживать в штативе (6.7) около 30 мин для того, чтобы слой супернатанта стал прозрачным и четко отделился от водного слоя. В случае необходимости колбу охлаждают в проточной воде.

9.4.8 Осторожно вынимают пробку и промывают ее и внутреннюю часть горловины колбы для экстрагирования жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Используют приспособление для промывания (6.8) таким образом, чтобы промывная жидкость стекала в колбу.

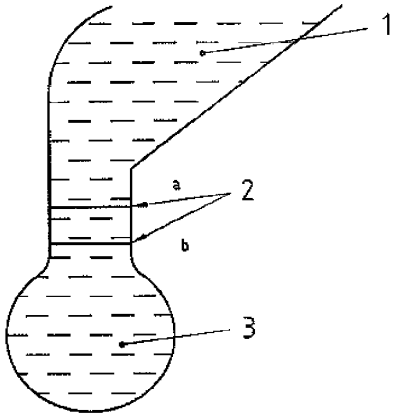
Если граница раздела расположена ниже конца стержня колбы, необходимо ее слегка поднять над этим уровнем, осторожно добавляя воду по краю колбы (рисунок 1), чтобы ускорить переливание растворителя.

Примечание – На рисунках 1 и 2 показана колба, которая была выбрана из трех видов колб для экстрагирования жира, рекомендуемых в ISO 3889, но это не означает какого-либо преимущества перед другими типами.

9.4.9 Удерживают колбу для экстрагирования жира за малый сосуд, осторожно декантируя как можно больше поверхностного слоя супернатанта из малого сосуда в подготовленный сосуд для сбора жира (9.3), содержащий материал, облегчающий кипение (6.10) (при использовании металлических чашек можно не применять). Не допускают декантирования водного слоя (рисунок 2).

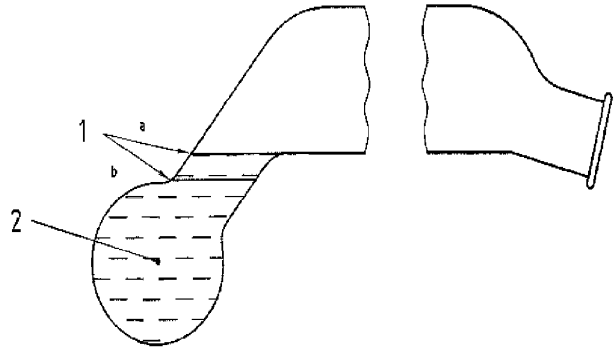
9.4.10 Ополаскивают внешнюю сторону горловины колбы для экстрагирования жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Собирают промывочную жидкость в сосуд для сбора жира. Следят за тем, чтобы смешанный растворитель не растекался по внешней стороне колбы. По желанию можно удалить растворитель или его часть из сосуда для сбора жира путем дистилляции или испарения, как описано в 9.4.13.

9.4.11 Вторую экстракцию производят, повторив все действия, описанные в 9.4.5 – 9.4.9 включительно, используя вместо 25 мл только 15 мл диэтилового эфира (5. 5) и 15 мл петролейного эфира (5.6). При использовании диэтилового эфира также промывают внутреннюю стенку горловины колбы для экстрагирования жира. При необходимости следует поднять границу раздела до середины стержня колбы (рисунок 1) для того, чтобы обеспечить полное переливание растворителя (рисунок 2).



1 – растворитель;
2 – граница раздела;
3 – водный слой;
a – при второй и третьей экстракции;
b – при первой экстракции

Рисунок 1 – До декантирования



1 – граница раздела;
2 – водный слой;
a – при второй и третьей экстракции;
b – при первой экстракции

Рисунок 2 – После декантирования

9.4.12 Третью экстракцию выполняют, повторив все действия, описанные в 9.4.5 – 9.4.9. Используют только 15 мл диэтилового эфира (5.5) и 15 мл петролейного эфира (5.6). При использовании диэтилового эфира снова промывают внутреннюю сторону горловины колбы для экстрагирования жира. При необходимости следует поднять границу раздела до середины стержня колбы (рисунок 1) для того, чтобы обеспечить полное переливание растворителя (рисунок 2).

Третью экстракцию можно не проводить для продуктов с массовой долей жира не более 3 %.

9.4.13 Из сосуда для сбора жира удаляют максимально возможное количество растворителей (в том числе этанол) путем дистилляции при использовании перегонной или конической колбы или путем выпаривания при использовании химических стаканов или чашек (6.3). Перед началом дистилляции внутреннюю сторону горловины перегонной или конической колбы ополаскивают небольшим количеством смешанного растворителя (5.7).

9.4.14 Сосуд для сбора жира нагревают в сушильной печи (6.4) в течение 1 ч при температуре 102 °С. Сосуд для сбора жира извлекают из печи и сразу же проверяют прозрачность жира. Если жир непрозрачный, что указывает на возможность наличия постороннего жирового вещества, то необходимо повторить всю процедуру. Если жир прозрачный, то сосуд для сбора жира защищают от попадания пыли и дают ему охладиться до комнатной температуры, при которой производят взвешивание (стеклянный сосуд для сбора жира охлаждают в течение 1 ч, а металлические чашки – в течение не менее 30 мин).

Примечание – В зависимости от используемого сосуда для сбора жира пары растворителя будут высвобождаться лучше, если его положить горизонтально в сушильной печи.

Непосредственно перед взвешиванием сосуд для сбора жира не протирают. Чтобы поместить сосуд для сбора жира на весы, используют щипцы во избежание колебаний температур. Взвешивают колбу с точностью до 1 г.

9.4.15 Сосуд для сбора жира нагревают в сушильной печи (6.4) в течение 30 мин при температуре 102 °С. Повторно взвешивают и повторяют действия, описанные в 9.4.14. При необходимости повторяют процедуры нагревания и взвешивания до тех пор, пока масса сосуда для сбора жира не уменьшится не более чем на 1,0 мг или не увеличится в интервале между двумя последующими взвешиваниями. Записывают минимальную массу как массу сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества.

10 Обработка результатов

10.1 Расчет

Расчет массовой доли жира *w* образца производят по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100\,\%,$$

где m_0 – масса рабочей пробы (9.1), г;
m_1 – масса сосуда для сбора жира с экстрагированным веществом (9.4.15), г;
m_2 – масса подготовленного сосуда для сбора жира (9.3), г;
m_3 – масса сосуда для сбора жира, используемого в контрольном испытании (9.2) с любым экстрагированным веществом (9.4.15), г;
m_4 – масса сосуда для сбора жира (9.3), используемого в контрольном испытании (9.2), г.

10.2 Выражение результатов

Результаты округляют до двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Подробное описание межлабораторного испытания, касающегося прецизионности метода, представлено в приложении С. Величины, полученные при проведении данного испытания, применимы только к диапазонам концентрации и таблицам, приведенным в настоящем стандарте.

Лаборатории, которые используют данный метод, должны принять во внимание, что для определенных некоторых видов сыра большие величины *r* и *R* могут быть вычислены практическим способом.

11.2 Повторяемость

Допускается абсолютное расхождение не более чем в 5 % результатов между двумя измерениями, полученными при применении одного продукта в одной и той же лаборатории одним и тем же лаборантом на одном и том же оборудовании за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,30 %.

11.3 Воспроизводимость

Допускается абсолютное расхождение не более чем в 5 % результатов между двумя единичными измерениями, полученными при применении одного и того же метода и при применении одного продукта в разных лабораториях разными лаборантами на различном оборудовании, не должно превышать 0,40 %.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) примененный метод отбора образцов (при наличии данной информации);

c) примененный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

d) особенности рабочих условий, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые в качестве дополнительных, а также информацию о случаях, которые, возможно, повлияли на результаты испытаний;

e) полученные результаты испытания и, если была проверена повторяемость, полученные окончательные результаты.

Приложение А
(обязательное)

Дополнительные процедуры

А.1 Контрольное испытание с целью проверки реактивов (5.1)

А.1.1 В данном контрольном испытании для контроля массы следует использовать сосуд для сбора жира. Это необходимо для того, чтобы при изменении комнатной температуры, где проходит взвешивание, или при воздействии температуры на сосуд для сбора жира исключить попадание или удаление нелетучего вещества экстракта реактивов. Сосуд для сбора жира можно использовать в качестве противовесного сосуда в случае использования сосуда с двумя чашами. Иначе при проверке массы сосуда для сбора жира, используемого в контрольном испытании, с целью контроля учитывают отклонения фактической массы $m_3 - m_4$ в 10.1 сосуда для сбора жира. Следовательно, изменение в фактической массе сосуда для сбора жира с поправкой на фактическое изменение в массе контрольного сосуда для сбора жира с целью контроля не должно приводить к изменению в массе более чем на 1,0 мг.

А.2 Контрольное испытание, проводимое одновременно с определением (9.2)

Значение, полученное во время контрольного испытания, которое проводилось одновременно с определением, позволяет откорректировать фактическую массу веществ, экстрагированных из рабочей пробы $m_1 - m_2$, на наличие какого-либо нелетучего вещества, выделившегося из реактивов, а также на любое изменение атмосферных условий в комнате, в которой выполняют взвешивание, и на разницу температур сосуда для сбора жира и комнаты, в которой выполняют взвешивание, в момент двух взвешиваний (9.4.15 и 9.3).

При благоприятных условиях (низкое значение во время контрольного испытания реактивов, постоянная температура в комнате, в которой выполняется взвешивание, достаточное время для охлаждения сосуда для сбора жира) это значение будет, как правило, менее 1,0 мг и при вычислении во время обычных определений его можно не принимать во внимание. Нередко встречаются также несколько повышенные значения (как положительные, так и отрицательные) в пределах 2,5 мг. После корректирования этих значений результаты будут точными. В случае внесения поправок, превышающих 2,5 мг, этот факт следует записать в протокол об испытаниях (раздел 12).

Если значение, полученное во время контрольного испытания, превышает 1,0 мг, то реактивы следует проверить, если они не были проверены до этого. Загрязненный реактив (или реактивы) должен быть заменен или очищен (5.1 и А.1).

А.3 Проверка на содержание пероксидов

Для проверки на содержание пероксидов необходимо добавить 1 мл свежеприготовленного раствора йодида калия (100 г/л) к 10 мл диэтилового эфира в небольшой цилиндр, закрывающийся стеклянной пробкой, который предварительно промыли эфиром. Цилиндр встряхивают и дают ему постоять в течение 1 мин. В любом слое не должно наблюдаться желтого цвета.

Можно использовать и другие методы проверки на содержание пероксидов.

Чтобы убедиться в том, что диэтиловый эфир не содержит пероскидов, его обрабатывают как минимум за 3 дн до его применения следующим образом.

Нарезают цинковую фольгу на полоски, которые должны доходить как минимум до половины длины бутылки, содержащей диэтиловый эфир, используя примерно 80 $см^2$ фольги на литр диэтилового эфира.

Перед использованием полоску фольги на 1 мин полностью погружают в раствор, содержащий 10 г пентагидрата сульфата меди (II) ($CuSO_4 5H_2O$) и 2 мл концентрированной (с массовой долей 98 %) серной кислоты на литр.

Осторожно, но тщательно промывают полоски водой, влажные полоски, покрытые медью, помещают в бутылку, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют в ней.

Допускается использовать другие методы при условии, что они не повлияют на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

Диэтиловый эфир, содержащий около 1 мг/кг антиоксидантов, используется в некоторых странах для определений жира. Допускается его использование для контрольных испытаний.

В других странах используется диэтиловый эфир с более высоким содержанием антиоксиданта, например до 7 мг/кг. Такой диэтиловый эфир должен использоваться для обычных определений только с обязательным контрольным испытанием, проводимым одновременно с определением (ями), чтобы откорректировать систематические ошибки вследствие наличия остаточного содержания антиоксидантов. В целях контрольного испытания такой диэтиловый эфир необходимо всегда дистиллировать перед использованием.

А.5 Этанол

Можно использовать этанол, денатурируемый иначе, чем путем добавления метанола, при условии, что денатурирующее вещество не повлияет на результат определения.

Приложение В
(справочное)

Альтернативная процедура с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания

В.1 Общие положения

В случае применения пробирок для экстрагирования жира (6.6) с сифоном или приспособлением для промывания (пример приведен на рисунке В.1) вместо колб для экстрагирования жира (6.6) следует выполнять процедуру, описание которой приведено в настоящем приложении. Пробирки должны закрываться качественными корковыми пробками или пробками из другого материала, как установлено для колб для экстрагирования жира (6.6).

В.2 Процедура

В.2.1 Подготовка образца для испытаний

В соответствии с разделом 8.

В.2.2 Рабочая проба

Выполнять действия, описанные в 9.1, но с использованием пробирок для экстрагирования жира. Рабочую пробу следует полностью помещать на дно пробирки для экстрагирования жира.

В.2.3 Контрольное испытание

В соответствии с 9.2 и А.2.

В.2.4 Подготовка сосуда для сбора жира

В соответствии с 9.3.

В.2.5 Определение

В.2.5.1 Сразу осуществляют определение.

Добавляют 10 мл разведенной соляной кислоты (5.3) так, чтобы она омывала пробу (В.2.2), размещенную на дне пробирки для экстрагирования жира, стакана или колбы, и перемешивают.

В.2.5.2 Нагревают на водяной бане или электроплитке (6.5) либо над открытым огнем, аккуратно двигая пробирку для экстрагирования жира или сосуд (во избежание подгорания) до тех пор, пока все частицы полностью не растворятся.

В.2.5.3 Пробирке или сосуду дают постоять на кипящей водяной бане в течение 20 – 30 мин или продолжают осторожно кипятить на огне или электроплитке в течение 10 мин. Охлаждают под проточной водой.

В.2.5.4 Если смешивание производилось в колбе для экстрагирования жира, добавляют 10 мл этанола (5.4). Осторожно, но тщательно перемешивают, позволяя при этом содержимому колбы для экстрагирования жира перемещаться вперед и назад между малой и большой колбами. Не допускается, чтобы жидкость доходила до горловины колбы. Продолжают процедуру, как описано в В.2.5.5.

В случае, если смешивание производилось в сосуде, отличном от колбы для экстрагирования жира (6.6), необходимо вылить содержимое сосуда в колбу для экстрагирования жира. Затем ополаскивают сосуд один за другим 10 мл этанола (5.4). Осторожно, но тщательно перемешивают, позволяя при этом содержимому колбы для экстрагирования жира перемещаться вперед и назад между малой и большой колбами. Не допускается, чтобы жидкость доходила до горловины колбы. Затем ополаскивают сосуд 25 мл диэтилового эфира (5.5) и выливают содержимое сосуда в пробирку для экстракции жира, промывая край или ободок дополнительным количеством диэтилового эфира. Закрывают пробирку для экстрагирования жира корковой пробкой, смоченной в воде, или пробкой из другого материала, смоченной в воде (6.6), и встряхивают содержимое, как описано в В.2.5.5. Затем ополаскивают сосуд 25 мл петролейного эфира (5.6) и выливают растворитель в пробирку для экстрагирования жира, промывая край или ободок дополнительным количеством петролейного эфира. Снова закрывают пробирку для экстрагирования жира и встряхивают содержимое, как описано в В.2.5.6. Затем начинают центрифугирование, как описано в В.2.5.7.

В.2.5.5 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.5). Закрывают пробирку для экстрагирования жира корковой пробкой, насыщенной водой, или пробкой из другого материала (6.6), смоченной в воде.

Энергично, но не чрезмерно, встряхивают пробирку в течение 1 мин, чтобы не допустить формирования стойких эмульсий. При встряхивании пробирку для экстрагирования жира следует держать горизонтально так, чтобы малый сосуд был направлен вверх и жидкость могла периодически перемещаться из большого сосуда в малый. Если необходимо, пробирку охлаждают до комнатной температуры проточной водой.

Осторожно вынимают пробку и ополаскивают ее и горловину пробирки небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Приспособление для промывания (6.8) используют таким образом, чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.

В.2.5.6 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.6). Закрывают пробирку для экстрагирования жира пробкой, смоченной водой.

Аккуратно перемешивают содержимое в течение 30 с, как описано в В.2.5.5.

В.2.5.7 Закрытую пробирку для экстрагирования жира центрифугируют в течение 1 – 5 мин с частотой вращения 500 – 600 мин$^{-1}$. Если центрифуги нет, закрытую пробирку выдерживают в штативе (6.7) до 30 мин для того, чтобы слой супернатанта стал прозрачным и четко отделялся от водного слоя. При необходимости пробирку охлаждают в проточной воде до комнатной температуры.

В.2.5.8 Осторожно вынимают пробку и ополаскивают ее и внутреннюю часть горловины пробирки для экстрагирования жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Приспособление для промывания (6.8) используют таким образом, чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.

В.2.5.9 В пробирку для экстрагирования жира вставляют сифонное приспособление или приспособление для промывания. Нажимают вниз длинную внутреннюю трубку приспособления так, чтобы она находилось на расстоянии примерно 4 мм над поверхностью границы раздела между слоями. Внутренняя трубка приспособления должна быть расположена параллельно оси пробирки для экстрагирования жира.

Осторожно переносят поверхностный слой супернатанта из пробирки для экстрагирования жира в сосуд для сбора жира (9.3), содержащего материал, облегчающий кипение (6.10), если используются перегонные или конические колбы (при использовании металлических чашек можно не применять). Не допускают попадания содержимого водного слоя в сосуд для сбора жира. Выходное отверстие приспособления ополаскивают небольшим количеством смешанного растворителя. При этом промывную жидкость собирают в сосуд для сбора жира.

В.2.5.10 Ослабляют приспособление от горловины пробирки для экстрагирования жира. Слегка приподнимают приспособление и промывают нижнюю часть удлиненной внутренней трубки небольшим количеством смешанного растворителя (5.7). Опускают и переустанавливают приспособление и переносят промывную жидкость в сосуд для сбора жира.

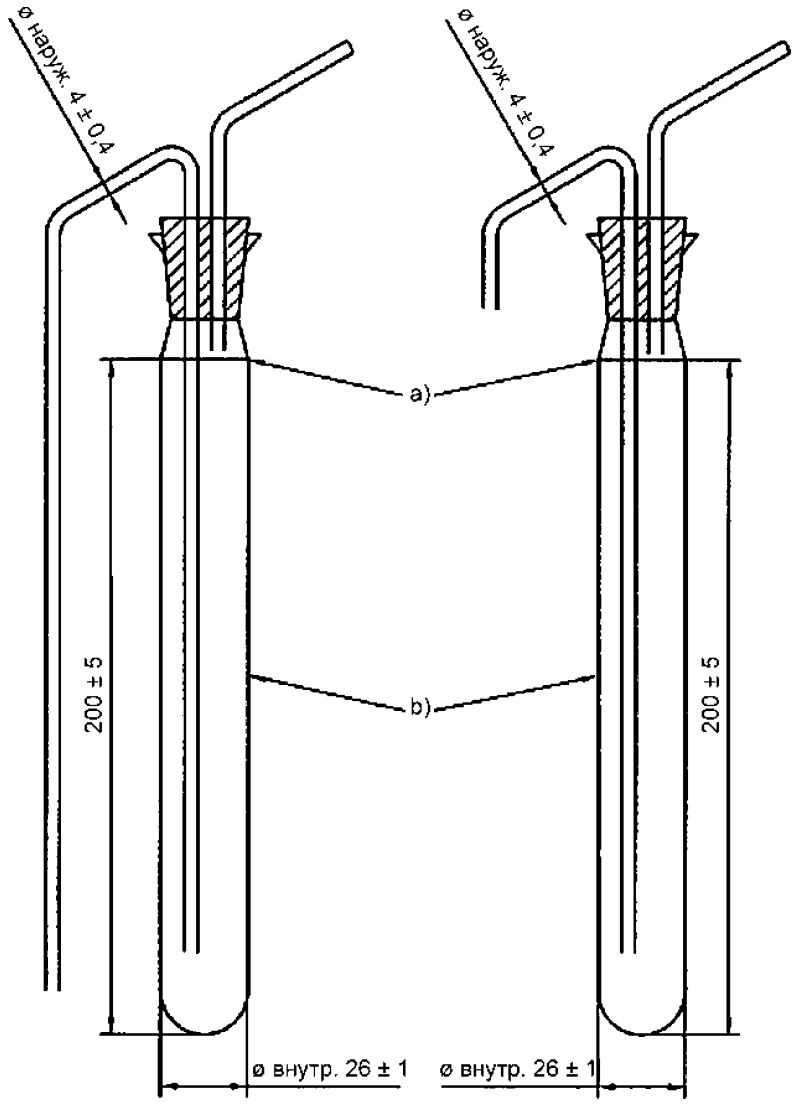
Снова промывают выходное отверстие приспособления небольшим количеством смешанного растворителя, собирая промывную жидкость в сосуд для сбора жира. При желании удаляют растворитель или его часть из сосуда для сбора жира путем дистилляции или испарения, как описано в 9.4.13.

В.2.5.11 Выполняют вторую экстракцию, повторяя операции, указанные в В.2.5.5 – В.2.5.10. Вместо 25 мл используют только 15 мл диэтилового эфира (5.5) и 15 мл петролейного эфира (5.6). Используя диэтиловый эфир, промывают длинную внутреннюю трубку приспособления из пробирки для экстрагирования жира после предыдущей экстракции.

В.2.5.12 Выполняют третью экстракцию, повторив действия, указанные в В.2.5.5 – В.2.5.10, используя 15 мл диэтилового эфира (5.5) и 15 мл петролейного эфира (5.6) для промывания длинной внутренней трубки приспособления, как описано в В.2.5.10.

Третью экстракцию можно не проводить, если массовая доля жира в продукте менее 3 %.

В.2.5.13 Далее выполняют действия в соответствии с 9.4.13 – 9.4.15.



a) с сифоном b) с приспособлением для промывания

a) – вместимость до данного уровня со снятым приспособлением (105 ± 5) мл;
b) – толщина стенки (1,5 ± 0,5) мм.

Рисунок В.1 – Примеры пробирок для экстрагирования жира

Приложение С
(справочное)

Межлабораторные испытания

Международные совместные испытания, в которых приняли участие 12 лабораторий из шести стран, проводились на двух различных образцах четырех сортов сыра. Таким образом, восемь испытательных образцов были поделены на 16 слепых двойных образцов. Испытания были организованы Нидерландским контрольным управлением молока и молочных продуктов (COKZ). Все величины выражены в массовой доле.

Результаты испытаний подверглись статистическому анализу в соответствии с [2] и [3] для получения наиболее точных результатов, представленных в таблице С.1.

Таблица С.1 – Результаты межлабораторных испытаний

	Сыр 1[a)]		Сыр 2[b)]		Сыр 3[c)]		Сыр 4[d)]	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Лаборатории, оставшиеся в испытании после удаления резко отклоняющихся результатов	12	12	12	11	11	11	12	11
Средняя величина, %	27,12	26,99	29,98	30,69	14,54	9,64	33,01	31,50
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,117	0,062	0,116	0,070	0,044	0,039	0,102	0,125
Коэффициент изменения повторяемости, %	0,43	0,23	0,39	0,23	0,30	0,40	0,31	0,40
Предел повторяемости r (= 2,8 ,s_r), %	0,332	0,174	0,328	0,197	0,124	0,110	0,290	0,354
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,169	0,096	0,124	0,106	0,081	0,065	0,166	0,210
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	0,62	0,36	0,41	0,35	0,56	0,67	0,50	0,67
Предел воспроизводимости R (= 2,8 s_R), %	0,479	0,273	0,352	0,299	0,228	0,187	0,470	0,593

[a)] Сыр «Эмменталер».
[b)] Сыр «Гауда».
[c)] Плавленый сыр.
[d)] Сыр «Бри».

Библиография

[1] ISO 707 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

[2] ISO 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

[3] ISO 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 15.04.2011. Подписано в печать 29.04.2011. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 4,06 Уч.- изд. л. 1,06 Тираж 40 экз. Заказ 1196

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru