ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 6735-2011

МОЛОКО СУХОЕ

**Оценка класса термообработки
(контрольный метод определения показателя термообработки)**

МАЛАКО СУХОЕ

**Ацэнка класа тэрмаапрацоўкі
(кантрольны метад вызначэння паказчыка тэрмаапрацоўкі)**

(ISO 6735:1985, IDT)

Издание официальное

БЗ 8-2010

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.141.3.073(083.74)(476) МКС 67.100.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: сельскохозяйственная продукция, молочные продукты, молоко, молоко сухое, классификация, химический анализ, определение, термообработка, метод Кьельдаля

ОКП РБ 15.51.20

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 6735:1985 Dried milk – Assessment of heat class – Heat-number reference method (Молоко сухое. Оценка класса термообработки. Контрольный метод определения показателя термообработки).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 по пищевым сельскохозяйственным продуктам Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF) в сотрудничестве с Ассоциацией химиков-аналитиков (AOAC).

В стандарт внесены следующие редакционные изменения: термин «сепарированное» заменен на термин «обезжиренное», термин «суммарная термообработка» заменен на термин «общая термообработка», термин «суммарное содержание азота» заменен на термин «общее содержание азота» – в целях соблюдения принятой терминологии.

Перевод с английского языка (en).

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

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

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

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Принцип 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка исследуемой пробы 3
9 Методика 3
10 Обработка результатов 4
11 Примечания к методике 4
12 Протокол испытания 5
Приложение А (обязательное) Метод Кьельдаля 6
Приложение В (обязательное) Предлагаемая схема классификации термообработки для молока распылительной сушки 9
Библиография 11
Приложении Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту 12

Введение

Термообработка, применяемая для изготовления сухого молока, преимущественно путем распылительной сушки, при предварительном нагревании сырого молока может варьироваться в зависимости от изготовления продукта, предназначенного для конкретного применения. Поэтому как изготовитель, так и покупатель или пользователь должен уметь оценивать степень общей термообработки таким образом, чтобы сухое молоко можно было классифицировать как, например, «низкотемпературной термообработки», «умеренной термообработки» и т. д. Классификация основывается на том, что увеличивающаяся доля белка молочной сыворотки (сывороточного белка молока) в молоке денатурируется (и становится связанной с казеином) по мере того, как повышается степень термообработки. Методы включают в себя либо прямое измерение остаточного неденатурированного белка молочной сыворотки, либо косвенное измерение денатурированного белка молочной сыворотки, а концентрация, обнаруженная в сухом молоке, по отношению к диапазону возможных концентраций, указывает класс термообработки. Теоретически при оценке класса термообработки сухого молока для сравнения необходимо иметь в наличии пробу исходного сырого молока, но это возможно только для изготовителя. На практике класс термообработки обычно оценивают только путем исследования сухого молока, а это неизбежно вводит некоторое ограничение относительно точности всех методов классификации термообработки молока на основе белка.

Наиболее широко распространенным методом классификации термообработки является метод, опубликованный в 1971 г. Американским институтом сухого молока (ADMI), в котором концентрация неденатурированного сывороточного белкового азота (UMSPN) в сухом молоке определяется турбидиметрически таким образом, чтобы сухое молоко можно было отнести к одному из следующих классов термообработки:

– низкотемпературная термообработка (не менее 6,0 мг UMSPN на грамм);

– умеренная термообработка (от 1,51 до 5,99 мг UMSPN на грамм);

– высокотемпературная термообработка (не более 1,5 мг UMSPN на грамм);

Методика определения так называемого индекса сывороточного белка молока ADMI сухого молока имеет несколько недостатков, однако были разработаны усовершенствованные или альтернативные методики, использующие метод связывания красителя [например, Сандерсон (Sanderson, 1970 г.), Макганн, О'Коннелл и Макфили (McGann, O'Connell и McFeely, 1975 г.)].

Классификация термообработки сухого молока возможна путем косвенного измерения денатурированного белка молочной сыворотки (DMSP), например, путем выделения комплекса казеина и DMSP и определения в нем содержания цистина и цистеина (преимущественно полученных из DMSP) по методу де Конинга, ван Роейена и Драйсма (de Koning, van Rooijen и Draaisma, 1976 г.), и Мровец-ца и Клостермейера (Mrowetz и Klostermeyer, 1977 г.).

Однако с некоторого времени было признано, что в другом методе данного общего типа будет использована методика Роуланда (Rowland, 1938a) для определения показателя казеина в сыром молоке (Rowland, 1938b), который получают путем умножения на 100 соотношения содержания азота в казеине к общему содержанию азота, и этот метод подходит для диагностики субклинического мастита [Роуланд и Зейн-Эль-Дин (Rowland и Zein-El-Dine, 1938)]. Когда эту методику применяют к молоку, подвергнутому термической обработке, или к восстановленному сухому молоку, полученный «показатель казеина» фактически в 100 раз больше соотношения содержания азота в казеине плюс содержание азота в денатурированном белке молочной сыворотки (DMSP) [или более точно содержание белкового азота, нерастворимого в кислоте (pH 4,8)] к общему содержанию азота и поэтому повышается вместе со степенью термической обработки, которой подвергается молоко или сухое молоко.

Изучение всех имеющихся методов классификации термообработки для сухого молока и исследования большинства из них, включая исследование методом гель-электрофореза казеина/комплекса DMSP и неденатурированного белка молочной сыворотки (UMSP), выделенного из сухого молока, привели к заключению, что метод, основанный на определении «показателя казеина», переименованный в «показатель термообработки», является наилучшим универсальным методом общего назначения, который следует рассматривать как контрольный метод. Во время данных исследований было установлено, что для правильного и точного определения показателя термообработки сухого молока не подходят методы, описанные в IDF Standard 20 и IDF Standard 29, для определения общего содержания азота и содержания казеина в молоке, и поэтому были разработаны альтернативные методы. Преимуществом метода определения показателя термообработки при классификации термообработки является то, что он позволяет определить общее содержание азота в сухом молоке.

Так как не существует ни одного отдельного метода классификации термообработки, который бы соответствовал всем целям, было признано, что для обнаружения сухого молока, подвергшегося низкотемпературной и высокотемпературной термообработке, могут потребоваться дополнительные методы; кроме того, быстрый распространенный метод (например, использующий связывание красителя) будет применим для производственного контроля на предприятии. Также было признано, что, даже если класс термообработки сухого молока был оценен правильно и является надежным критерием соответствия специальному назначению, может потребоваться дополнительная информация о сухом молоке, например сычужном свертывании [Фосс и Шманке (Voss и Schmanke, 1973 г.)].

В приложении А описан макрометод Кьельдаля, используемый при определении показателя термообработки; в приложении В описана схема классификации термообработки. Приложения А и В являются частью настоящего стандарта.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МОЛОКО СУХОЕ
Оценка класса термообработки
(контрольный метод определения показателя термообработки)

МАЛАКО СУХОЕ
Ацэнка класа тэрмаапрацоўкі
(кантрольны метад вызначэння паказчыка тэрмаапрацоўкі)

Dried milk
Assessment of heat class
Heat-number reference method

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод, основанный на определении показателя термообработки, для оценки класса термообработки сухого цельного молока, сухого, частично обезжиренного молока и сухого обезжиренного молока (определенных в FAO/WHO Standard A-5 [1)] как «сухое цельное молоко», «сухое, частично обезжиренное молоко» и «сухое обезжиренное молоко» соответственно), изготовленных путем распылительной сушки. Данный метод также применяют для всех типов быстрорастворимого сухого молока.

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 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 показатель термообработки (сухого молока) (heat number (of dried milk)): Соотношение содержания нерастворимого в кислоте (pH 4,8) белкового азота и общего содержания азота, умноженное на 100 (нерастворимый в кислоте белок – это казеин и денатурированный нагреванием белок молочной сыворотки).

4 Принцип

Осаждение казеина и денатурированного при нагревании белка молочной сыворотки в определенном объеме восстановленного сухого молока при pH примерно 4,8 осуществляют путем добавления раствора уксусной кислоты, а затем раствора ацетата натрия. Осадок промывают и определяют в нем содержание азота (на основании объема, эквивалентного объему стандартного титрованного раствора) по методу Кьельдаля.

Определение общего содержания азота в таком же объеме восстановленного сухого молока проводят аналогичным способом.

Вычисление показателя термообработки сухого молока проводят непосредственно из двух объемов использованного стандартного титрованного раствора, каждый из которых корректируют определением соответствующей контрольной пробы по Кьельдалю.

[1)] Стандарт FAO/WHO Standard A-5 для сухого цельного молока, сухого, частично обезжиренного молока и сухого обезжиренного молока, разработанный в соответствии с Кодексом правил по молоку и молочным продуктам, 8-е издание (1984 г.), Рим: Продовольственная и сельскохозяйственная Организация Объединенных Наций/ Всемирная организация здравоохранения.

Издание официальное

Определение класса термообработки сухого молока основано на определении показателя термообработки согласно предлагаемой схеме классификации термообработки, состоящей из четырех классов термообработки, т. е.:

– низкотемпературная сушка;
– умеренная сушка;
– умеренно высокотемпературная сушка;
– высокотемпературная сушка.

Примечание – Используемая методика с применением уксусной кислоты/ацетата натрия разработана Роуландом (Rowland, 1938a) для осаждения казеина или казеина и денатурированного при нагревании белка молочной сыворотки при определении распределения азота в коровьем молоке. Буферная реакционная смесь, содержащая либо молоко, либо восстановленное сухое молоко, имеет pH (стеклянный электрод) при температуре 20 °C приблизительно 4,8, а не около 4,6, как обычно принято.

5 Реактивы

При проведении анализа используют реактивы установленного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Противовспенивающее вещество – октан-2-ол (каприловый спирт), содержащий не менее 97 % (массовая доля) $CH_3(CH_2)_5CH(OH)CH_3$, или силиконовый препарат, например водная эмульсия, содержащая 30 % (массовая доля) силикона.

5.2 Раствор уксусной кислоты

25,00 г уксусной кислоты (CH_3COOH), не менее 99,7%-ной (массовая доля), добавляют к 200 мл воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл с одной отметкой и разбавляют до отметки при температуре 20 °C.

5.3 Раствор ацетата натрия

34,02 г тригидрата ацетата натрия ($CH_3COONa\ 3H_2O$), не менее 99,0%-ного (массовая доля), растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 250 мл и разбавляют до отметки при температуре 20 °C.

Чтобы замедлить образование плесени, допускается добавить 0,5 мл хлороформа ($CHCl_3$).

5.4 Промывочный раствор

6,0 мл раствора уксусной кислоты (5.2) и 14,0 мл раствора ацетата натрия (5.3) добавляют к 1 000 мл воды при температуре 20 °C и перемешивают.

Проверяют, чтобы pH промывочного раствора, измеренный pH-метром, составлял 4,80 ± 0,05 при температуре 20 °C, и при необходимости корректируют, добавляя больше раствора уксусной кислоты или раствора ацетата натрия соответственно.

5.5 Сахароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$) с содержанием азота (N) не более 0,002 %.

6 Оборудование

Используется стандартное лабораторное оборудование:

6.1 Весы с точностью до 0,01 г.

6.2 Коническая колба номинальной вместимостью 150 или 200 мл, с резиновой пробкой.

6.3 Термометр общего назначения.

6.4 Градуированный мерный цилиндр номинальной вместимостью 100 мл.

6.5 Палочки для перемешивания, изготовленные из стекла; одна обычная, а другая с резиновым наконечником.

6.6 Пипетки с одной меткой номинальной вместимостью 1 и 10 мл.

6.7 Лабораторный стакан номинальной вместимостью 150 мл, невысокий, с носиком.

6.8 Фильтровальные воронки, внутренний диаметр верхней части составляет 75 мм.

6.9 Фильтровальная бумага, беззольная, средней скорости фильтрации и способности удерживания, диаметр 125 мм.

6.10 Бутылочки для промывания номинальной вместимостью 500 мл для использования с водой и промывочным раствором (5.4).

7 Отбор проб

Лабораторную пробу отбирают в соответствии с ISO 707. Хранят пробу в чистом, сухом, надежно закрытом, воздухонепроницаемом контейнере, которым может являться неповрежденная закрытая потребительская тара.

Отмечают и регистрируют любые отклонения от этих требований.

8 Подготовка исследуемой пробы

Лабораторную пробу, температура которой соответствует лабораторной, тщательно перемешивают, многократно вращая и переворачивая контейнер. Если контейнер до отказа заполнен, что мешает тщательному перемешиванию содержимого, всю лабораторную пробу переносят в чистый, сухой, воздухонепроницаемый контейнер подходящей вместимости и перемешивают, как указано.

Перемешивание быстрорастворимого сухого молока должно быть выполнено очень осторожно во избежание уменьшения размера частиц пробы.

9 Методика (см. также раздел 11)

9.1 Проба для анализа

Из исследуемой пробы (раздел 8) в коническую колбу (6.2) отвешивают пробу, подготовленную для проведения анализа 14,00 г сухого цельного молока или сухого, частично обезжиренного молока или 10,00 г обезжиренного сухого молока.

9.2 Определение

9.2.1 В градуированный измерительный цилиндр (6.4) наливают 100 мл воды, достигшей температуры 40 °С, и добавляют 10 мл воды к пробе для анализа, для того чтобы смыть частички навески, прилипшие к стенкам колбы, на дно колбы. Смесь перемешивают палочкой для перемешивания (6.5), чтобы убрать комки и превратить смесь в пасту. Оставшуюся часть воды добавляют небольшими порциями, помешивая и ополаскивая палочку для перемешивания и горлышко колбы оставшимися порциями воды. Колбу закрывают резиновой пробкой, для тщательного перемешивания содержимое колбы взбалтывают и оставляют колбу постоять в течение 30 мин. Колбу периодически перемешивают, осторожно вращая и переворачивая.

9.2.2 Снимают пробку с конической колбы, к восстановленному молоку добавляют 1 каплю противовспенивающего вещества (5.1), повторно закрывают колбу пробкой и перемешивают ее содержимое, осторожно вращая и переворачивая. В лабораторный стакан (6.7) переносят 10 мл восстановленного молока с помощью пипетки вместимостью 10 мл (6.6), наполненной таким образом, чтобы верхний уровень молока совпадал с отметкой. Аналогичным образом, используя эту же пипетку, переносят 10 мл восстановленного молока в одну из четырех подготовленных колб Кьельдаля (см. А.2.1, приложение А), каждая из которых содержит 15 г сульфата калия (см. А.1.1, приложение А) и три стеклянных шарика (см. А.2.2, приложение А). Восстановленное молоко с горлышка смывают в колбу Кьельдаля небольшим количеством воды и отставляют ее.

9.2.3 В лабораторный стакан к восстановленному молоку, используя мерный градуированный цилиндр (6.4.), добавляют 75 мл воды, достигшей температуры 40 °С, а затем с помощью пипетки (6.6) добавляют 1,0 мл раствора уксусной кислоты (5.2). Смесь осторожно, но тщательно перемешивают палочкой с резиновым наконечником (6.5). Палочку для перемешивания оставляют в лабораторном стакане.

9.2.4 Через 10 мин к содержимому лабораторного стакана с помощью пипетки (6.6) добавляют 1,0 мл раствора ацетата натрия (5.3) и осторожно, но тщательно перемешивают смесь. Палочку для перемешивания оставляют в лабораторном стакане.

9.2.5 Содержимое лабораторного стакана оставляют охлаждаться в течение 45 мин, затем, используя градуированный мерный цилиндр, добавляют 13 мл воды (температура которой соответствует лабораторной), осторожно перемешивают и выдерживают в лабораторном стакане 15 мин с палочкой для перемешивания.

9.2.6 Надосадочную жидкость в лабораторном стакане фильтруют через сложенную (негофрированную) фильтровальную бумагу (6.9), предварительно смоченную промывочным раствором (5.4) (см. примечание). Используя палочку для перемешивания и промывочный раствор, весь осадок переносят на фильтровальную бумагу. Необходимо следить, чтобы был перенесен и осадок, налипший

на лабораторный стакан. В конце трижды промывочным раствором промывают осадок и фильтровальную бумагу, оставляя время для стекания после каждой промывки.

Примечание – Соответствие методики осаждения и фильтрации определяется отфильтрованной надосадочной жидкостью, которая должна быть абсолютно прозрачной и иметь pH 4,80 ± 0,05 при температуре 20 °C.

9.2.7 Фильтровальную бумагу осторожно удаляют из фильтра-воронки (6.8), затем бумагу загибают, чтобы закрыть осадок, и переносят бумагу с осадком в одну из подготовленных колб Кьельдаля (см. А.2.1, приложение А).

9.2.8 Фильтровальную бумагу (6.9) помещают в одну из двух оставшихся подготовленных колб Кьельдаля; данная колба будет использована для получения контрольного значения V_1 (см. 10.1). В оставшуюся подготовленную колбу Кьельдаля помещают 0,1 г сахарозы (5.5); эта колба будет использована для получения контрольного значения V_3 (см. 10.1).

9.2.9 Далее действуют, как указано в А.3, приложение А.

10 Обработка результатов

10.1 Вычисление показателя термообработки

Рассчитывают показатель термообработки H лабораторной пробы, используя формулу

$$H = \frac{V_0 - V_1}{V_2 - V_3} \times 100,$$

где V_0 – объем в миллилитрах стандартного титрованного раствора, используемого при определении по Кьельдалю, с осадком (и фильтровальной бумагой) из 10 мл восстановленного молока (см. А.3.5, приложение А);

V_1 – объем в миллилитрах стандартного титрованного раствора кислоты, используемого в определении контрольной пробы по Кьельдалю, с фильтровальной бумагой (см. А.3.5, приложение А);

V_2 – объем в миллилитрах стандартного титрованного раствора кислоты, используемого при определении по Кьельдалю, с 10 мл восстановленного молока (см. А.3.5, приложение А);

V_3 – объем в миллилитрах стандартного титрованного раствора кислоты, используемого в определении контрольной пробы по Кьельдалю, с 0,1 г сахарозы (см. А.3.5, приложение А).

Показатель термообработки округляют с точностью до 0,1.

10.2 Прецизионность

Примечание – Следующие значения повторяемости и воспроизводимости, выраженные для уровня вероятности 95 %, были установлены в ходе совместного межлабораторного исследования, описанного в ISO 5725.

10.2.1 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми значениями показателя термообработки, полученными одновременно или в течение короткого промежутка времени одним лаборантом на одной и той же пробе для испытаний с использованием одной и той же аппаратуры, не должна превышать 1,2.

10.2.2 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми значениями показателя термообработки, полученными на идентичных пробах для испытаний двумя лаборантами в разных лабораториях, не должна превышать 1,5.

10.3 Определение класса термообработки

Класс термообработки лабораторной пробы определяют, исходя из ее показателя термообработки, в соответствии с предложенной схемой классификации термообработки, приведенной в приложении В.

11 Примечания к методике

Общее содержание азота в пробе для испытаний может быть рассчитано, исходя из величин V_2 и V_3 (см. 10.1), если:

а) масса восстановленного молока получена путем взвешивания (по разности) пустой конической колбы с закрытой пробкой по 9.1 и закрытой пробкой конической колбы, содержащей восстановленное молоко (9.2.1);

b) установлена масса восстановленного молока, внесенного пипеткой вместимостью 10 мл, при использовании, как описано в 9.2.2;

c) если известно точное значение концентрации стандартного титрованного раствора кислоты (см. A.1.7, приложение A).

12 Протокол испытания

Протокол испытаний должен включать:

a) полную идентификацию лабораторной пробы, включая дату отбора пробы и дату получения;

b) показатель термообработки (см. 10.1) и класс термообработки (см. 10.3), а также дату, когда они были определены;

c) ссылку на настоящий стандарт;

d) любые наблюдения, которые указывают, что результаты могут быть недостоверными.

Приложение А
(обязательное)

Метод Кьельдаля

А.0 Введение

Особенностью нового метода Кьельдаля является то, что в качестве катализатора используют небольшое количество (0,05 г) пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) вместо оксида ртути, указанного в IDF Standard 20 (1962 г.), это изменение соответствует современным теориям [Rexroad и Cathey (Рексроуд и Кэйти, 1976 г.)]. Однако для того, чтобы новый метод мог быть применим для работы с большим количеством материала, который необходимо систематизировать для определения показателя термообработки сухого молока в соответствии с настоящим стандартом (сравните IDF Standard 20, 1962 г., и IDF Standard 29, 1964 г.), объем серной кислоты (А.1.3) должен быть увеличен с 25 до 30 мл (см. А.3.1), необходимых для 5 мл молока. В результате добавленный объем воды должен быть уменьшен с 250 до 240 мл, а объем раствора гидроксида натрия (А.1.4) увеличен с 60 до 70 мл соответственно (см. А.3.3).

А.1 Реактивы

При проведении анализа используют реактивы с признанным аналитическим качеством и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

А.1.1 Сульфат калия (K_2SO_4)

А.1.2 Раствор пентагидрата сульфата меди (II)

В воде растворяют 5,0 г пентагидрата сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 100 мл и разбавляют до отметки при температуре 20 °С.

А.1.3 Серная кислота, не менее 98,0%-ной (массовая доля), ρ_{20} примерно 1,84 г/мл.

А.1.4 Гидроксид натрия, 47%-ный (массовая доля) раствор, соответствующий 704 г NaOH на литр при температуре 20 °С.

Примечания

1 Гидроксид натрия может и не быть признанного аналитического качества.

2 Может быть использован раствор гидроксида натрия с меньшей концентрацией, например 40 % (массовая доля) (572 г NaOH на литр при температуре 20 °С) или 30 % (массовая доля) (399 г NaOH на литр при температуре 20 °С); см. примечание к А.3.3.

А.1.5 Раствор борной кислоты

40,0 г борной кислоты (H_3BO_3) растворяют в 1 000 мл горячей воды, дают остыть и хранят в бутылке из боросиликатного стекла.

А.1.6 Раствор индикатора

Смешивают равные объемы 2 г/л спиртового раствора метилового красного и 1 г/л спиртового раствора метиленового синего [этанол должен быть не менее 94%-ным (объемная доля)].

А.1.7 Серная кислота или соляная кислота, стандартный титрованный раствор, *c* (1/2 H_2SO_4) или *c* (HCl) = 0,1 моль/л.

Примечание – Точная концентрация данного раствора не требуется для расчета показателя термообработки (см. 10.1 настоящего стандарта), см. раздел 11 настоящего стандарта.

А.2 Оборудование

Используется стандартное лабораторное оборудование и дополнительно следующее:

А.2.1 Колбы Кьельдаля номинальной вместимостью 500 мл.

А.2.2 Стеклянные шарики диаметром приблизительно 5 мм.

А.2.3 Бюретка или автоматическая пипетка с возможностью подачи порции 1,0 мл раствора сульфата меди (А.1.2).

А.2.4 Градуированные измерительные цилиндры, изготовленные из стекла, номинальной вместимостью 50, 100 и 250 мл.

А.2.5 Аппарат для гидролиза с системой отвода газов, удерживающий колбы Кьельдаля (А.2.1) в наклонном положении (примерно 45°), снабженный электрическими нагревателями или газовыми горелками, которые обеспечивают нагрев колбы до уровня, не превышающего их содержимое.

А.2.6 Аппарат для дистилляции, изготовленный из боросиликатного стекла, к которому может быть прикреплена колба Кьельдаля (А.2.1), состоящий из эффективной распылительной насадки, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, соединенной с эффективным конденсатором (с прямой внутренней трубкой; длина кожуха не менее 300 мм), с отводящей трубкой, подсоединенной к его нижнему концу; подсоединяемые трубки и пробка должны быть плотно подогнаны и предпочтительно изготовлены из неопрена.

А.2.7 Пипетка или автоматическая пипетка для внесения порций раствора индикатора (А.1.6) объемом 0,10 мл.

А.2.8 Конические колбы номинальной вместимостью 500 мл, градуированные на 200 мл.

А.2.9 Бюретка номинальной вместимостью 50 мл, градуированная на 0,1 мл, максимальная погрешность ±0,05 мл.

А.2.10 Увеличительное стекло для снятия показаний бюретки (А.2.9).

А.3 Методика

А.3.1 В каждую из четырех колб Кьельдаля (см. 9.2.2, 9.2.7 и 9.2.8) добавляют 1,0 мл раствора сульфата меди (А.1.2) и 30 мл серной кислоты (А.1.3), для смыва раствора сульфата меди с горловины колбы используют кислоту, и осторожно перемешивают содержимое каждой колбы.

А.3.2 Каждую колбу Кьельдаля нагревают на аппарате для гидролиза (А.2.5), сначала очень осторожно, чтобы черная пена осталась внутри колбы. Когда первичное пенообразование остановится и появится обильный белый пар, увеличивают нагрев, создающий сильное кипение раствора (пары кислоты конденсируются на полпути к верху горловины колбы), пока не исчезнут черные частицы и цвет гидролизата не станет чистым, светло-желтовато-зеленого цвета. Продолжают осторожно кипятить в течение 1,5 ч, соблюдая следующие требования:

a) если черные частицы попали на горловину колбы и их не смывает обратно в колбу стекающей кислотой во время начальной стадии периода сильного кипения, необходимо дать колбе полностью остыть, после чего смывать частицы в колбу минимальным количеством воды. Затем продолжают гидролиз, как указано выше;

b) отсчет 1,5 ч времени кипячения не начинают, пока бледно-зеленый оттенок не станет видимым в прозрачном гидролизате.

А.3.3 Когда колбы Кьельдаля остынут, в каждую из них добавляют 240 мл воды (см. примечание), чтобы промыть горлышко колбы, и тщательно перемешивают содержимое, пока не растворятся выделившиеся кристаллы. Затем в каждую колбу добавляют 70 мл раствора гидроксида натрия (А.1.4) (см. примечание), осторожно выливают раствор в наклоненное горлышко колбы, чтобы в колбе образовался донный слой; верхнюю поверхность горлышка колбы нельзя смачивать раствором гидроксида натрия.

Примечание – Необходимо, чтобы общий объем воды и добавленного раствора гидроксида натрия составлял 310 мл, для того чтобы можно было собрать примерно 150 мл дистиллята непосредственно перед тем, как начнется неравномерное кипение («бурление») (см. А.4.3). Таким образом, если необходимо добавить больший эквивалентный объем раствора гидроксида натрия с концентрацией менее 47 % (массовая доля), то объем добавленной воды должен быть уменьшен соответственно. Например, если необходимо добавить 85 мл 40%-ного (массовая доля) или 125 мл 30%-ного (массовая доля) раствора гидроксида натрия, то объем добавленной воды должен быть 225 или 185 мл соответственно.

А.3.4 Каждую колбу Кьельдаля незамедлительно подсоединяют к аппарату дистилляции (А.2.6), наконечник отводящей трубки конденсатора должен быть погружен в 50 мл раствора борной кислоты (А.1.5) и 0,10 мл раствора индикатора (А.1.6), содержащегося в конической колбе (А.2.8). Содержимое каждой колбы Кьельдаля взбалтывают, чтобы тщательно перемешать, а затем кипятят, вначале осторожно, чтобы предотвратить избыточное пенообразование. Когда собрано от 100 до 125 мл дистиллята, каждую коническую колбу опускают, пока наконечник отводящей трубки конденсатора не будет находиться примерно на 40 мм выше отметки 200 мл. Дистилляцию содержимого каждой колбы продолжают, пока не начнется неравномерное кипение («бурление»), а затем незамедлительно прекращают нагревание. Каждую колбу Кьельдаля отсоединяют и промывают наконечник каждой отводящей трубки конденсатора небольшим количеством воды, собирая смывы в коническую колбу.

Соблюдают следующие требования:

a) скорость дистилляции должна быть такой, чтобы в течение 30 мин было собрано примерно 150 мл дистиллята; когда начнется неравномерное кипение («бурление»), объем содержимого каждой конической колбы будет составлять примерно 200 мл, т. е. будет собрано примерно 150 мл дистиллята, как требуется;

b) эффективность каждого конденсатора должна быть такой, чтобы температура содержимого каждой конической колбы во время дистилляции не превышала 25 °C.

A.3.5 Каждый дистиллят титруют стандартным титрованным раствором кислоты (A.1.7), пока цвет не будет соответствовать цвету свежеприготовленного раствора, состоящего из 150 мл воды, 50 мл раствора борной кислоты (A.1.5) и 0,10 мл раствора индикатора (A.1.6), содержащегося в конической колбе (A.2.8). С каждой бюретки снимают показания с точностью до 0,01 мл с помощью увеличительного стекла (A.2.10), избегая погрешности от смещения.

Примечание – Для титрования дистиллята каждой контрольной пробы потребуется очень небольшой объем эталонного титрованного раствора.

Приложение В
(обязательное)

Предлагаемая схема классификации термообработки для молока распылительной сушки

В.0 Введение

Недавние исследования показателя казеина в сыром коровьем молоке показали, что хотя среднегодовые значения, вероятно, находятся в диапазоне 77,0 – 78,0, существует небольшое, но определенное сезонное изменение [Muir, Kelly, Phillips и Wilson (Муир, Келли, Филлипс и Уилсон, 1978 г.)]. Это сезонное изменение показателя казеина делает невозможным использование показателя термообработки сухого молока для идентификации сухого молока, подвергшегося минимальной термической обработке во время изготовления, т. е. сухого молока низкотемпературной термообработки, содержащего очень малое количество денатурированного белка молочной сыворотки. Соответственно, в предлагаемой схеме классификации термообработки низкотемпературная термообработка является самым низким классом термообработки, который включает все сухое молоко с показателем термообработки 80,0 или менее, которое во время изготовления подверглось термообработке от минимальной до умеренной.

По мере того как во время изготовления сухого молока повышается степень термообработки, соответственно повышается его показатель термообработки; максимально достижимое на практике значение составляет примерно 91. Данное максимальное значение немного ниже, чем могло бы ожидаться (примерно на 1 или 2) и может объясняться неполным осаждением денатурированного белка молочной сыворотки с казеином при pH 4,8, а также небольшим гидролизом казеина во время более интенсивной предварительной термообработки. Однако нет необходимости устанавливать точный верхний предел для показателя термообработки в схеме классификации термообработки.

Полный диапазон показателя термообработки для сухого молока распылительной сушки, которое во время изготовления прошло различные степени термообработки, может быть подразделен на четыре зоны, соответствующие четырем классам термообработки на основе взаимосвязи между показателем термообработки и структурой белка, полученной методом электрофореза в полиакриламидном геле от неденатурированного белка молочной сыворотки, выделенного из сухого молока.

В.1 Предлагаемая схема классификации термообработки

В таблице В.1 приведена схема классификации термообработки для молока распылительной сушки, основанная на показателе термообработки сухого молока, определенного как описано в настоящем стандарте. В таблице В.1 указано также приблизительное соответствие каждого класса термообработки рисунку электрофореза в полиакриламидном геле (PAG) неденатурированного белка молочной сыворотки (UMSP) и концентрации неденатурированного сывороточного белкового азота (UMSPN), полученное методом классификации термообработки Американским институтом сухих молочных продуктов (индекс сывороточного белка молока ADMI; см. «Введение» настоящего стандарта).

Таблица В.1 – Схема классификации термообработки

Показатель термообработки	Класс термообработки	Рисунок UMSP, полученный методом электрофореза в полиакриламидном геле (PAG)	UMSPN (мг/г сухого молока)
80,0 или менее	Низкотемпературная термообработка	Все окрашенные зоны четко видны, или окрашенная зона иммуноглобулина расплывчатая	≥ 6,0
От 80,1 до 83,0	Умеренная термообработка	Окрашенная зона иммуноглобулина едва видна или отсутствует; зона альбумина сыворотки расплывчатая	От 4,5 до 5,9
От 83,1 до 88,0	Умеренно высокотемпературная термообработка	Окрашенная зона альбумина сыворотки слегка видна или отсутствует; окрашенные зоны β-лактоглобулина расплывчатые; окрашенная зона δ-лактоглобулина уменьшена	От 1,5 до 4,4
88,1 или более	Высокотемпературная термообработка	Окрашенные зоны β-лактоглобулина слегка видны или отсутствуют; окрашенная зона α-лактоглобулина слегка видна или отсутствует	≤ 1,4

Библиография

American Dry Milk Institute (1971). Standards for grades of dry milk including methods of analysis. Bulletin 916 (Revised), Chicago : American Dry Milk Institute, Inc.
(Американский институт сухих молочных продуктов (1971 г.). Стандарты для оценки качества сухого молока, включая методы анализа. Бюллетень 916 (пересмотренный), Чикаго: «American Dry Milk Institute, Inc.»)

De koning, P. J., van rooijen, P. J. and Draaisma, J. T. M. (1976). Milchwissenschaft, 31,261
(Де Конинг П. Й., ван Роейен П. Й. и Драйсма, Й. Т. М. (1976 г.) «Наука о молоке», 31, 261)

IDF Standard 20 (1962) Determination of the total nitrogen content of milk by the Kjeldahl method.
(Определение общего содержания азота по методу Кьельдаля)

IDF Standard 29 (1964) Determination of the casein content of milk
(Определение содержания казеина в молоке)

McGANN, T. C. A., O'CoNNELL, J. A. and McFEEix R. (1975). Journal of the Society of Dairy Technology, 28, 23
(Макганн Т. С. А., О'Коннелл Джей. А. и Макфили Р. (1975 г.). Журнал Общества молочной технологии, 28, 23)

Mrowetz, G. and klostermeyer, H. (1977). Milchwissenschaft, 32, 9
(Мроветц Г. и Клостермейер Х. (1977 г.) «Наука о молоке», 32, 9)

Muir, D. D., Kelly, M. E., Phillips, J. D. and Wilson, A. G. (1978). Journal of the Society of Dairy Technology, 31,137
(Муир Д. Д., Келли М. Е., Филиппс Джей. Д. и Уилсон А. Г. (1978 г.). Журнал Общества молочной технологии, 31, 137)

Rexroad, P. R. and Kathey, R. D. (1976). Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 59, 1213
(Рексроуд П. Р. и Кейти Р. Д. (1976 г.). Журнал Ассоциации официальных химиков-аналитиков, 59, 1213)

Rowland, S. J. (1938a). Journal of Dairy Research, 9, 30 and 42
(Роуланд С. Джей (1938a). Журнал исследований в молочном хозяйстве, 9, 30 и 42)

Rowland, S. J. (1938b). Journal of Dairy Research, 9, 47
(Роуланд С. Джей (1938b). Журнал исследований в молочном хозяйстве, 9, 47)

Rowland, S. J. and Zein-ei-dine, M. (1938). Journal of Dairy Research, 9,174
(Роуланд С. Джей и Зейн-Эль-Дин, М. (1938 г.). Журнал исследований в молочном хозяйстве, 9, 174)

Sanderson, W. B. (1970). New Zealand Journal of Dairy Science and Technology, 5, 46 and 48
(Сандерсон У.Б. (1970 г.). Новозеландский журнал науки и технологии в молочном деле, 5, 46 и 48)

Voss, E. and Schmanke, E. Milchwissenschaft, 28 (1973), p. 645
(Фосс Е. и Шманке Е. «Наука о молоке», 28 (1973 г.), стр. 645)

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

[2] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability andreproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (now withdrawn) was used to obtain the precision data
(Прецизионность методов измерений. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартных методов измерения в межлабораторных измерениях)

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 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб	IDT	СТБ ISO 707-2011 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

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. 2,09 Уч.- изд. л. 0,95 Тираж экз. Заказ

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