ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ
Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
3-бөлім
Арнайы жағдай

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)
Часть 3
Специальные случаи

ҚР СТ ИСО 8262-3-2009

ISO 8262-3:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 3. Special cases (IDT)

Ресми басылым

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
3-бөлім
Арнайы жағдай

ҚР СТ ИСО 8262-3-2009

ISO 8262-3:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 3. Special cases (IDT)

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Технолог» № 44 стандарттау бойынша техникалық комитеті («Эксперт-Консалтинг» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

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

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбеу әріптермен белгіленген қосымша талаптармен бірге ISO 8262-3:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop grav imetric method (Reference method). Part 3. Special cases (Сүт өнімдері және сүт негізіндегі тағам өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі). 3-бөлім. Арнайы жағдайлар) халықаралық стандартына сәйкес

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының, «Сүт және сүт өнімдері қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінің нормалары іске асырылды

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

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі.

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

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әдістің маңыздылығы	3
4	Аппаратура, материалдар мен реактивтер	3
5	Үлгілерді іріктеу	5
6	Бақылауды өткізу тәртібі	5
6.1	Үлгілерді дайындау	5
6.2	Үлгінің жұмысшы бөлігі	6
6.3	Бақылау сынақтары	6
6.4	Шайғындау құтыны дайындау	6
6.5	Анықтама	7
7	Бақылау нәтижелерін өңдеу	8
8	Әдістің дәлдігі	9
8.1	Зертханааралық сынақтар	9
8.2	Қайталанғыштығы	9
8.3	Өндірімділігі	9
9	Процедураға берілетін ескертпелер	10
9.1	Еріткішті және сүзгіш қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары	10
9.2	Бақылау сынақтары	10
10	Сынақ нәтижелерін рәсімдеу	11

Кіріспе

Осы стандарт сүт, сүт өнімдеріндегі және сүт негізіндегі тағам өнімдерінің майдың құрамын гравиметрикалық анықтауға барлық ықтимал шамаларымен бірге үйлестіретін бақылау әдістерімен қатар өндіретін құрылым ішінде дайындалды. Осы әдістер Роше-Готлиб (RG) әдісі, Вейбулл-Бернтроп (WB) әдісі немесе Шмидт-Бондзынски-Рацлаф (SBR) принципінде негізделеді.

WB принципінде негізделген, құрамында көкөністердің жоғары деңгейі, жұмыртқа сарысы, эмульгаторы және т.б. болатын сүт және балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалардың басқа түрлеріне қолданылатын осы стандарт мына себептері бойынша таңдалған болатын:

- RG әдісі майдың жеткіліксіз бөлінуі себебі болатын және сәйкесінше май құрамының өте төменгі мәнін көрсететін жоғарыда аталған ингредиенттердің жоғары деңгейіне байланысты ыңғайсыз;
- SBR әдісі қышқыл гидролиздегі эфирлік – шайғындайтын құрауыштардың артуына қабілетті және сәйкесінше май құрамының өте жоғары мәнін көрсететін көміртектің жоғары құрамына байланысты ыңғайсыз;
- WB процедурасы сондай-ақ қышқыл гидролизін қосады, қышқыл гидролизі сүзіліп шайылғанға дейін эфирлік – шайғындау құрауыштар жағынан зиянды болып табылмайды, ал сүзгіштегі кептірілген тұнбада құрауыштар, шайғындалатын петролейн эфир болмайды;

Бастапқы Вейбулл әдісі нанға арнап әзірленген болатын, осы стандартта көрсетілген түрлендірген әдісті Бернтроп әзірлеген болатын. Осы әдіс тамақ өнімдерінің көптеген түрлеріндегі майдың құрамын анықтау үшін кең қолданылады.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ
Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
3-бөлім
Арнайы жағдайлар

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт Роше-Готлиб әдісі қолданылмайтын (яғни, әр түрлі мөлшерлі бос май қышқылдарының құрамы немесе кесектер немесе сүт емес ингредиенттер арқылы толығымен еритін, мысалы, сұйық қайнатылған крем сияқты, салмағы тұтқыр немесе пісіруге арналған сүт негізіндегі тамақ өнімдерінің кейбір түрлері сұйық, концентрацияланған немесе сүт құрамы құрғақ сүт өнімдеріндегі майдың құрамын анықтаудың бақылау әдісін белгілейді.

Сондай-ақ осы стандарт жаңа жасалған ірімшіктің барлық түрлеріне қолданылады, мысалы, сығымдалған сүзбе немесе сүзбе, көкөніс қосылған жаңа дайындалған ірімшіктер, шәрбәт, «мюсли» және т.б. Көміртек құрамының көптігінен немесе сүт өнімдеріндегі майды анықтау әдісінің біркелкісіздігінен Шмидт-Бондзински-Ратцлаф әдісі қолданылмайды.

ЕСКЕРТПЕ 1 Роше-Готлид бақылау әдістері сүттегі, кремдегі, қоюландырылған және тәтті қосылған қоюландырылған сүттегі және құрғақ сүттен жасалған өнімдерде майдың құрамын анықтау ҚР СТ ИСО 1736, ИСО 1211, ИСО 2450, ИСО 1737 белгіленген.

ЕСКЕРТПЕ 2 Құрамында майы жоқ құрғақ өнімдерден 5 % (салмақтық үлесі) кем лактоза болатын сыр және балқытылған сырдың майдың құрамын анықтауға арналған Шмидт-Бондзински-Ратцлаф бақылау әдісі ИСО 1735 белгіленген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының Техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында шет мемлекеттердің халықаралық, өңірлік және ұлттық стандарттарын, басқа да стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ҚР СТ ИСО 1736-2009 Құрғақ сүт және құрғақ сүт өнімдері. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі).*

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшегіш шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, тамшуырлар. Жалпы техникалық шарттар.

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

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 1-бөлім. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 2-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің қайталанғыштығы мен өндірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 3-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісі прецизиялығының аралық көрсеткіштері

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 4-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 5-бөлім. Өлшеудің стандарттық әдісінің прецизиялығын анықтаудың балама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы). 6-бөлім. Практикада дәлдік мәнін пайдалану.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгіш қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13928-84 Сүт және дайындалатын кілегейлер. Қабылдау ережесі, сынамаларды іріктеу әдістері және оларды талдауға дайындау.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

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

ИСО 1211-99 Сүт. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс. (Бақылау әдісі).*

ИСО 1735- 2004 Сыр және балқытылған сыр. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі).*

ИСО 1737-2008 Қант қосылған және қантсыз қоюландырылған сүт. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі).*

ИСО 2450-2008 Кілегей. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі).*

---

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады*

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты жетекшілікке алған дұрыс. Егер сілтеме құжат ауыстырылмай жойылған жағдайда, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге қатысы болмайтын бөлікте қолданылады.

3 Әдістің маңыздылығы

Әдіс тұз қышқылы ерітіндісімен қайнату кезінде үлгіні буландыруға негізделген. Ыстық булау майлы заттарды ұстап тұру үшін суландырылған сүзгіш қағаз арқылы сүзіледі, содан кейін май n-гексан немесе петролейн эфирін пайдалана отырып, кептірілген сүзгіш қағаздан алынады. Еріткіш дистилляциялау немесе буландыру арқылы шығарылады, ал алынған май Вейбулл-Бернтроп принципі бойынша алынады және өлшенеді.

4 Аппаратура, материалдар мен реактивтер

Зертханалық таразылар *ГОСТ 24104 бойынша*;

Сынамаларды гомогендеуге арналған миксер. Мысалы, кесуге арналған пышақты пайдалану немесе тиісті қақпағы болатын сыйымдылығы 1 л ыдысы бар жылдам миксер.

Шайғындау аппараты үздіксіз немесе жартылай үздіксіз. Мысалы, сифон көлемі 40 $см^3$ бастап 60 $см^3$ дейін шайғындағыш, сыйымдылығы 150 $см^3$ болатын шайғындау құтынан (түбі жалпақ, мойны қысқа) және кептіргіш патронға немесе мақта сынамасына сәйкес келетін қолданылып жүрген суландыратын конденсатордан тұратын Сокслет типін пайдалану.

Сыйымдылығы 150 $см^3$ түбі жалпақ және мойны қысқа шайғындау құты, *ГОСТ 1770* бойынша.

Шайғындау аппаратын қолдану үшін ішкі диаметрі 22 мм және сыртқы ұзындығы 80 мм болатын көрінетін тұнбаға мүмкіндік туғызатын майсыздандырылған сүзгіш қағаз, шыны, алюминий немесе PTFE[1)] немесе целлюлоза, жеке қабаттан жасалған сығынды ұштары;

40 ^{0}С бастап 60 ^{0}С дейін және 30 ^{0}С бастап 40 ^{0}С дейін температураның ұстап тұруын қамтамасыз ететін су моншасы.

Шайғындау аппаратына арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, термо реле көмегімен реттелетін су моншасы, құмды монша немесе плиткаларды пайдалану.

Шыны шариктер немесе фарфор тіліктері немесе карборунд тілімдері немесе майсыздандырылған, кеуекті емес, қолдану кезінде ұсақ, қайнау әсерін жақсартатын басқа да материал,

Либих типті суландыратын конденсаторға сәйкес келетін сыйымдылығы 250 $см^3$ дейін конус тәрізді құты.

Конденсаторға сәйкес келетін конус тәрізді құтыны қыздыруға арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, сым торын және газ шілтерін, электрлік плитканы немесе құмды моншаны пайдалану.

Үлгілер сынағын жүргізуге арналған тығыз жабылатын қақпақты контейнер.

Бүрмеленген сүзгіш қағазды пайдалану кезінде сүзгіш құйғы.

Сыйымдылығы 100 $см^3$ және 250 $см^3$ шүмегі болатын өлшектер *ГОСТ 1770* бойынша.

100 ^0C аспайтын температура кезінде құтыдағы еріткішті дистилляциялауға арналған дистиллятор.

(102 ± 2) ^0C температураны қамтамасыз ететін толық ашылатын желдеткіш саңылауы болатын электрлік кептіргіш шкаф.

Сыйымдылығы 50 $см^3$, 100 $см^3$ және 250 $см^3$ цилиндр.

Сүзгіш қағаз мен ұштарын ұстап тұруға арналған металл қысқыштар.

Сүзгіш қағаз мен ұштарын ұстап тұруға арналған ұштары жалпақ қысқыш

Тазыртылған су *ГОСТ 6709 бойынша*.

Тығыздығы 1,10 $г/см^3$ болатын салмақтық үлесі 20 % сұйытылған тұз қышқылы.

10 $см^3$ концентрацияланған тұз қышқылын CHl (p_{20} = 1,18 $г/см^3$) 100 $см^3$ суға сұйылту керек және араластыру керек.

Судан бос шайғындау еріткіші: 30 ^0C бастап 60 ^0C дейінгі қайнау температурасы бар n-гексан немесе петролейн (қайнауы төмен) эфир.

Бөлінген еріткіш сапасын тексеру үшін алдын ала 6.4 сәйкес өңделген шайғындау құтысынан 100 $см^3$ еріткішті тазарту керек. Салмағын тексеру үшін (9.1 қараңыз) сол әдіспен тазартылған шайғындау бос құтыны пайдалану керек. Еріткіш 1,0 мг артық тұнбаны қалдырмауға тиіс.

Егер ерітінді белгіленген талаптарға сәйкес келмесе, онда ерітіндіні ауыстыру немесе тазалау керек.

Диаметрі 150 мм, майсыздандырылған сапасы орташа, бүрмеленген сүзгіш қағаз.

Сүзгіш қағаз сапасын тексеру еріткішті пайдалана отырып 6.3 сәйкес жүргізеді. Салмағын тексеру үшін (9.1 қараңыз) алдын ала 6.4 сәйкес өңделген шайғындау бос құтыны пайдалану керек. Еріткіш 1,0 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс.

Сәйкес келмейтін сүзгіш қағазды мыналармен ауыстыруға рұқсат етіледі:

а) көк лакмус қағазы;

б) диатом жер (міндетті емес; 6.5.3 қараңыз);

в) тазартылған лактоза (міндетті емес; 6.5.3 қараңыз);

г) 90 мин бойы еріткіш эссенциясымен майсыздандырылған шитті – мақта және кептірілген.

Бөлу бағамы 1 мин болатын сағат.

5 Үлгілерді іріктеу

Үлгілерді іріктеу *ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809* сәйкес жүргізіледі.

ЕСКЕРТПЕ Сұйық және тұтқыр сүт өнімдерінің барлық үлгілері үлгілерді іріктеу уақытынан процедураны бастау уақытына дейін 2 ^{0}С - 4 ^{0}С дейінгі температурада сақталуға тиіс. Қымталған ыдыстарда немесе құтыларда сақтау кезінде үлгілерді төмен 20 ^{0}С температурада сақтау керек.

6 Бақылауды өткізу тәртібі

6.1 Үлгілерді дайындау

6.1.1 Сұйық сүт өнімдері

Араластырып, контейнерді аудару керек. Контейнерді ашып, затты екінші контейнерге (ауа өтпейтін қақпақпен жабылған) ақырындап құяды және бірінші контейнердің қабырғаларына және бетіне жабысатын қандай да бір май немесе құрамы басқа үлгіге қосу туралы қамтамасыз ете отырып, қайта тасымалдап араластырады. Егер затта кесек немесе ингредиент бөлшектері бар болса, оларды тиісті қоспалауышпен гомогендеу керек. Затты екінші контейнерге мүмкіндігінше толық орналастыру керек. Содан кейін осы контейнерді жабу керек.

Қажет болған жағдайда жабық контейнер 40 ˚С бастап 60 ˚С дейінгі температурада су моншасында орнатылады. Контейнерді әрбір 15 минут сайын алып шайқау керек. 2 сағаттан кейін контейнер алынады және бөлме температурасында салқындатылады. Қақпақты ашу керек және қасықпен немесе күрекшемен (майы бөлінген кезде үлгі сыналмайды) жақсылап араластырады. Зат толығымен екінші контейнерге ауыстырылады.

6.1.2 Тұтқыр сүт өнімдері

Контейнерді ашу керек және ішіндегі құрамды қасықпен немесе күрекшемен араластыру керек. Мүмкіндігінше жақсы араласатындай етіп жоғары және төмен айналмалы қозғалысты пайдаланады. Бірінші контейнердің қабырғаларына және бетіне жабысатын қандай да бір май немесе басқа құрамдары үлгіге қосылғанына көз жеткізу керек. Егер затта кесек немесе ингредиент бөлшектері бар болса, оларды тиісті қоспалауышпен гомогендеу керек. Аяқталысымен үлгіні екінші контейнерге мүмкіндігінше толығымен салып жабу керек.

Егер қажет болса, 30 ˚С бастап 40 ˚С дейінгі температурадағы су моншасында жабық контейнер орналастыру керек. Контейнерді алып,

сыртқы жағын сүртіп, ашу керек. Контейнердің ішкі жағында жабысқан құрамды қырып тазалау керек, жақсылап араластыру үшін жеткілікті түрде тамаққа салып, барлық салмақ біркелкі болғанға дейін араластыру керек.

Үлгіні екінші контейнерге мүмкіндігінше толық салып, оны жабу керек.

6.1.3 Құрғақ сүт өнімдері

Контейнерді көп айналдырып және қайта айналдырып мұқият салу керек. Қажет болған жағдайда үлгіні осы процесті орындауға рұқсат ету үшін тиісті сыйымдылықпен орнатылған ауа өтпейтін контейнерге салады.

Егер өнімде кесек немесе ингредиент бөлшектері әлі бар болса, оларды тиісті қоспалауышпен гомогендеу керек.

6.2 Үлгінің жұмысшы бөлігі

Үлгіні (6.1 қараңыз) контейнерді шайып (қою, тұтқыр немесе құрғақ өнімдер болса) немесе бірнеше рет шаю арқылы үш-төрт рет (сұйық өнімдері болса) араластыру керек және бірден 3 - 3,5 г қатты затқа сәйкес келетін 3 - 20 г дейінгі үлгінің шамамен 1 мг конустық құтыда өлшенеді. Жұмысшы бөлігінде осы талаптарды қанағаттандыру үшін 1,0 г аспайтын май болуы керек, кіші жұмысшы бөлік қажет етілуі мүмкін.

Жұмысшы бөлігі конус тәрізді құтының түбіне мүмкіндігінше толығымен жеткізілуге тиіс.

6.3 Бақылау сынақтары

Бақылау сынақтары бірдей процедураны және бірдей реактивтерді пайдаланып анықтаумен бір мезгілде, 25 $см^3$ сумен (9.2 қараңыз) сұйытылған жұмыс бөлігін (6.5.1 қараңыз) орналастырып өткізіледі.

6.4 Шайғындау құтыны дайындау

Қайнауға арналған бірнеше қосалқы құралы болатын құтыны, шайғындау және кейіннен 102 °С температурада 60 мин кептіргіш шкафта еріткішті құю кезінде ақырын қайнауына әсер ететіндей етіп, кептіру керек.

Құты бөлме температурасында 30 минут (шаңнан қорғала отырып) салқындауға тиіс.

Жеткіліксіз салқындауды немесе қатты салқындатуды болдырмау керек, құтыны кептіргіш шкафта қоюға рұқсат етілмейді.

Қысқыш көмегімен құтыны таразыда қояды және 0,1 мг дейінгі дәлдікпен өлшейді.

6.5 Анықтама

6.5.1 Температурасы 30 °С суды (6.2 қараңыз) жалпы көлемі 25 $см^3$ (4 $моль/дм^3$ тұз қышқылы ерітіндісін алу үшін) болғанға дейін үлгінің жұмысшы бөлігіне қосу және жақсылап шаю керек.

6.5.2 50 $моль/дм^3$ CHl ерітіндісін жұмысшы үлгінің сұйытылған бөлігіне қосу кезінде конус тәрізді құтының қабырғасын шая отырып қосады және мұқият шайқап араластыру керек. Дефлегматорлы құтыны қосып, құтыны қайнау кезіне дейін қыздыру керек, содан кейін айналмалы қозғалыспен 30 минут қайнату керек.

6.5.3 75 $см^3$ конденсаторды температурасы 80 °С сумен 150 $см^3$ сумен шаю керек, конденсатордан конус тәрізді құтыны алады және мойны мен қабырға ішін жуатындай етіп, құтыға ыстық су қосады. 1 г диатом жерін немесе шамамен 100 $см^2$ майсыздандырылған сүзгіш қағаз қосуға рұқсат етіледі, бөліктерге бөліп, сүзгіш жылдамдығын арттыру керек. Осы әдіс майсыздандырылған құрғақ заттың құрамы төмен болғанда ерекше ұсынылады.

ЕСКЕРТПЕ Сүзгіш 6.5.1 бойынша жұмысшы үлгінің сұйытылған бөлігіне 1 г таза лактоза қосып жақсартылуы мүмкін.

6.5.4 Бүрмеленген сүзгіш қағаз арқылы құйғы сүзгішіне құйылған ыстық суда толығымен суланған шыны штабта сұйықты құя отырып, құты құрамын бірден сүзу керек. Құтыны сүзгіш қағаздың мөлшері бойынша шыны штабиктерден жасалған қосалқы құралдары болатын ыстық сумен үш рет толық шаю керек. Соңында лакмус қағазы қышқылсыз құрамды көрсеткенге дейін оны шая отырып, сүзгіш қағазды ыстық сумен үш рет шаю керек. 400 $см^3$ артық су қолдануға болмайды.

6.5.5 Қысқышты пайдалана отырып сүзгіш қағазды құйғыдан алады және қағаздың жоғары жағы жиегінен 20 мм төмен құратындай етіп шайғындау оймағына салады. Көлемі 100 $см^3$ өлшек оймағын салады.

6.5.6 Стақан және оның ішіндегісін қыздырады және шыны штабикті конус тәрізді құтыны кептіргіш шкафқа қояды және 102 °С температурада 60 мин немесе 90 мин толығымен қалдырады. Стақан мен шыны штабигі болатын конус тәрізді құтыны пештен шығарып, оны салқындату керек.

Сүзгіш қағаз жақсы кептірілген болуға тиіс, әйтпесе майдың салдарынан толығымен шайғындалмайды. Суда еритін құрамы арқылы ылғал сүзгіш қағаз және үздіксіз шайғындау кезінде тамшылар сығындыға өтуі мүмкін, демек май құрамының қоңыр түсі және жоғары көрсеткішінің себебі болуы.

6.5.7 Оймақты қысқышпен ұстап, оны майсыздандырылған мақта сынамасымен мұқият тығындау және сығындағышқа қою керек. 100 $см^3$ n-гексан немесе петролейн эфирін өлшегіш цилиндрде өлшеу керек; дайындалған шайғындау құтыда жууды жүргізе отырып, зертханалық стақан және конус тәрізді құты және шыны штабиктің ішкі жағын қысқыш төбесін

жуу кезінде ерітінді порциясын қолдану керек. Құты мойнын ішкі жағын жуу үшін шайғындау құтыға еріткіш қалдығын қосу керек.

6.5.8 Шайғындау құтыны оймақты ұстай отырып шайғындағышпен қосу керек, шайғындағышты дефлегматормен қосу керек және оймақ және оның ішіндегісі шайғындалатындай етіп құтыны шамамен 4 сағат қыздыру керек, кемінде 1000 $см^3$ еріткішпен (20 сифон).

6.5.9 Құты мойынының ішкі жағын және аздаған еріткіш мөлшерімен конденсаторы ұшын шая отырып, шайғындау аппаратынан шайғындау құтыны алу керек. Содан кейін құтыдан мұқият тазарту керек. Егер су моншасы қолданылатын болса, онда кез келген су жағындыларын жоя отырып, құтының сыртқы жағын сүрту керек.

6.5.10 Шайғындау құтыны (түсіру үшін еріткіш буын өткізу үшін оның жағында орналасқан) кептіргіш шкафта қыздыру керек, 102 °С температурада 60 мин қалдыру керек. Шайғындау құтыны пештен алып, бөлме температурасында (шаңнан қорғай отырып кептіргіш пеште емес) салқындату керек (кемінде 30 минут) және 0,1 мг дәлдікке дейін өлшеу керек. Құтыны өлшегенге дейін сүртпеу керек. Құтыны қысқышты қолдана отырып (әсіресе температура түсуін болдырмау үшін) таразыда қою керек.

6.5.11 Операцияны 6.5.10 бойынша салмағы 1,0 мг немесе одан кем немесе одан артық болу кезіне дейін екі кейінгі өлшеулер арасында қайталау керек. Құты салмағы сияқты шайғындау затының минимальды салмағын тіркеу керек.

7 Бақылау нәтижелерін өңдеу

Майдың салмақтық үлесін w, %, (1) формула бойынша есептейді:

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

мұндағы m_0 - үлгінің жұмыс бөлігінің салмағы (6.2 қараңыз), г;

m_1 - 6.5.11-де белгіленген шайғындау құтының және шайғындау затының салмағы, г;

m_2 - бос құтының салмағы (6.4 қараңыз), г;

m_3 - бақылау сынағында пайдаланылатын (6.3 қараңыз) және 6.5.11-де белгіленген шайғындалған заттың шайғындау құтының салмағы, г;

m_4 - бақылау сынағында (6.3 қараңыз) қолданылатын дайындалған құтының (6.4 қараңыз) салмағы.

Сынақ нәтижелері 0,01 % дейінгі дәлдікпен дөңгелектенеді.

8 Әдістің дәлдігі

8.1 Зертханааралық сынақтар

Қайталанғыштығы мен өндірімділігіне арналған мәндер 95 % ықтималдық деңгейі кезінде өрнектеледі және *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6* сәйкес орындалған зертханааралық сынақ нәтижелерінен алынады.

8.2 Қайталанғыштығы

Екі тәуелсіз бірлік сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы бірдей сынақ материалында бір зертханада, бір жабдықты қолданып, бір лаборант қысқа уақыт аралығында, бір әдісті пайдалану арқылы алынған мына мәндерден қарағанда 5 % жағдайдан артылмауға тиіс:

а) майдың құрамы 20 % артық болатын өнім үшін (салмақтық үлесі):

майдың құрамы 1 %;

б) 20 % қоса алғанда, (салмақтық үлесі) майдың құрамы 5 % және одан жоғары болатын сүт өнімдері үшін;:

100 г өнімде 0,2 г май;

в) 5 % (салмақтық үлесі) және одан артық және одан кем болатын сүт өнімдері үшін:

100 г өнімге 0,1 г май;

г) майдың құрамы 5 % (салмақтық үлесі) артық болатын сұйық өнімдері үшін:

майдың құрамы 1 г;

д) 5 % артық (салмақтық үлесі) артық және одан кем майдың құрамы болатын сұйық сүт өнімдері үшін:

100 г өнімге 0,5 г май.

8.3 Өндірімділігі

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы бірдей сынақ материалында әр түрлі зертханада, әр түрлі жабдықты қолданып, әр түрлі лаборант қысқа уақыт аралығында, әр түрлі әдісті пайдалану арқылы алынған мына мәндерден қарағанда 5 % жағдайдан артылмауға тиіс:

а) майдың құрамы 20 % (салмақтық үлесі) артық болатын өнім үшін 1 % майдың құрамы:

майдың құрамы 2 %;

б) 20 % қоса алғанда, (салмақтық үлесі) майдың құрамы 5 % және одан жоғары болатын өнім үшін:

100 г өнімде 0,4 г май;

в) 5 % (салмақтық үлесі) және одан артық және одан кем болатын өнім үшін:

100 г өнімде 0,2 г май;

г) майдың құрамы 5 % (салмақтық үлесі) артық болатын сұйық өнімдері үшін:

майдың құрамы 2 %;

д) 5 % артық (салмақтық үлесі) артық және одан кем майдың құрамы болатын сұйық өнімдері үшін:

100 г өнімге 0,1 г май.

9 Процедураға берілетін ескертпелер

9.1 Еріткішті және сүзгіш қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары

Осы бақылау сынағында салмағын бақылауға арналған ыдыс зертхананың атмосфералық жағдайындағы немесе реактив сығындысында бұзылмаған заттардың болуын және болмауын көрсетуге тиіс май жинайтын ыдыстың жылу әсерінің өзгеруін тексеру үшін қолданылуға тиіс. Ыдысты екі тостағанды таразымен өлшеу жағдайында қарсы салмақты ыдыс ретінде қолданылуға тиіс.

Басқаша тәсілмен бақыланатын ыдыстың (1) формула бойынша $[(m_3 - m_4)]$ қосылған салмағының ауытқуы бақылау сынағы үшін қолданылатын май жинайтын ыдыс сияқты негізделуге тиіс. Демек, бақыланатын ыдысты бақылау салмағындағы өзгерістер үшін түзетілген май жинайтын ыдыстың біріккен салмағындағы өзгерістер 0,5 мг аспауға тиіс.

Өте сирек еріткіште майда берік сақталып қалатын ұшпа заттары болуы мүмкін. Егер ол осындай заттың болуы көрсеткіші болып табылса, 1 г жаңа сусыз сүт майы болатын май жинайтын ыдысты пайдаланып бақылау сынағын орындау керек. Қажет болған жағдайда 100 $см^3$ еріткіште 1 г сусыз сүт майының болуымен еріткішті тазалау керек. Еріткішті тазартылғаннан кейін уақытша пайдаланады.

9.2 Бақылау сынақтары

Бір уақытта анықтаумен орындалған бақылау сынақтары кезінде алынған мәндер реактивтер мен сүзгіш қағаздан шығарылған және зертхананың атмосфералық жағдайындағы кез келген өзгерістері кезінде май жинайтын ыдыс пен екі өлшемде өлшеуге арналған зертхана арасындағы температуралық айырмашылық кезінде де біріктірілген салмаққа мүмкіндік береді (6.4 және 6.5.11 қараңыз).

Қолайлы жағдай кезіндегі (еріткіш пен сүзгіш қағазда бақылау сынақтары кезіндегі төменгі мәні, өлшеуге арналған зертхананың тұрақты температурасы, май жинайтын ыдысқа арналған жеткілікті салқындату уақыты) мәні кемінде 3 мг құрайды. 5 мг дейін мәні жоғарылатуға болады. Түзеткеннен кейін деректер мәні үшін нәтиже нақты болады. 5 мг көп мәнге түзету қолданылса, онда берілген нәтиже сынақ хаттамасында көрсетілуге тиіс (10-бөлімді қараңыз).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәні 3 мг тұрақты артса, онда еріткіш пен сүзгіш қағаз тұрақты тексерілуге, ауыстырылуға және тазартылуға тиіс.

10 Сынақ нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мына ақпарат болуға тиіс:

- үлгілерді бірдейлендіруге арналған қажетті ақпарат;
- үлгілерді іріктеу әдісі, егер белгілі болса;
- сынау әдісі;
- сынақ нәтижелеріне әсер етуі мүмкін барлық операциялық кездер;
- сынақ нәтижелері;
- бақылау мәні $[(m_3 - m_4)1 - формулабойынша]$ құрайды, егер ол 5 мг артса.

ӘОЖ 637.1/3:664:637.041:543.557-027.512:006.354(574) **МСЖ 67.100**

Түйінді сөздер: сүт, сүт өнімдері, сұйық сүт өнімдері, тұтқыр сүт өнімдері, құрғақ сүт өнімдері, майдың құрамын анықтау, гравиметрикалық әдіс, Вейбулл-Бернтроп бойынша әдіс

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)
Часть 3
Специальные случаи

СТ РК ИСО 8262-3-2009

ISO 8262-3:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 3. Special cases (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации», техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт - Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8262-3:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 3. Special cases (Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 3. Специальные случаи), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании», Технического регламента «Требования к безопасности молока и молочной продукции»

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	3
4	Аппаратура, материалы и реактивы	3
5	Отбор образцов	5
6	Порядок проведения контроля	5
6.1	Подготовка образцов	5
6.2	Рабочая часть	6
6.3	Контрольные испытания	6
6.4	Приготовление экстракционной колбы	6
6.5	Определение	7
7	Обработка результатов	8
8	Точность метода	9
8.1	Межлабораторные испытания	9
8.2	Повторяемость	9
8.3	Воспроизводимость	10
9	Примечания к процедуре	10
9.1	Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги	10
9.2	Контрольные испытания	11
10	Оформление результатов испытаний	11

Введение

Настоящий стандарт подготовлен внутри структуры, производящей ряд контрольных методов, которые гармонируют со всевозможными величинами для гравиметрического определения содержания жира в молоке, молочных продуктах и пищевых продуктах на основе молока. Данные методы основываются на методе Роше-Готлиба (RG), методе Вейбулла-Бернтропа (WB) или на принципе Шмидт-Бондзынски-Рацлафа (SBR).

Настоящий стандарт, распространяемый на молочные и другие виды мороженого и смесей для мороженого, содержащих высокий уровень фруктов, яичного желтка, эмульгатора, и т.д., метод, основанный на принципе WB, был выбран по следующим причинам:

- метод RG неудобен из-за высокого уровня вышеперечисленных ингредиентов, которые становятся причиной недостаточного выделения жира и, соответственно, представляют слишком низкое значение содержания жира;

- метод SBR неудобен из-за высокого содержания углеводов, которые способствуют повышению эфирно-экстрагируемых компонентов в кислотном гидролизе и, соответственно, представляют слишком высокое значение содержания жира;

- процедура WB, которая также включает кислотный гидролиз, не является ущербной со стороны эфирно-экстрагируемых компонентов до тех пор, пока кислотный гидролиз не будет профильтрован и промыт, а высушенный осадок на фильтре не будет содержать компоненты, экстрагируемые петролейным эфиром.

Первоначально метод Вейбулла был разработан для хлеба; модифицированный метод, указанный в настоящем стандарте, был разработан Бернтропом. Данный метод получил широкое применение для определения жира во многих видах пищевых продуктов.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)
Часть 3
Специальные случаи

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания жира в молочных продуктах с жидким, концентрированным или сухим содержанием молока, для которых метод по Роше-Готлиду не применяется; т.е. содержащих различное количество свободных жирных кислот или полностью растворимых в аммиаке благодаря наличию комков или немолочных ингредиентов, например, как жидкий заварной крем, вязкая масса или некоторые виды пищевых продуктов на основе молока для пекарских назначений.

Также настоящий стандарт распространяется на все виды свежих сырков, например, как прессованный творог или творог, на свежие сырки с фруктовыми добавками, сиропом, «мюсли», и т.д. Из-за высокого содержания углеводов или предельной неоднородности метод определения жира в молочных продуктах по Шмидт-Бондзински-Ратцлафа не применяется.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Контрольные методы по Роше-Готтиду для определения содержания жира в молоке, креме, сгущенном и подслащенном сгущенном молоке, и продуктах из сухого молока установлены в СТ РК ИСО 1736, ИСО 1211, ИСО 2450, ИСО 1737.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Контрольный метод по Шмидт-Бондзински-Ратцлафа для определения содержания жира сырков и плавленых сыров, содержащих лактозу менее 5 % (массовая доля) не содержащих жира сухих продуктов, установлен в ИСО 1735.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО 1736-200_ Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).*

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

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

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

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

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ИСО 1211-99 Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).*

ИСО 1735-2004 Сыр и плавленый сыр. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).*

* *применять в соответствии с СТ РК 1.9*

ИСО 1737-2008 Молоко сгущенное без сахара и с сахаром. Определение содержание жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).*

ИСО 2450-2008 Сливки. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации по состоянию на текущий год» и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на выпаривании образца при кипении с раствором соляной кислоты. Горячее выпаривание фильтруется через смоченную фильтровальную бумагу для удержания жирных веществ, затем жир извлекается из высушенной фильтровальной бумаги, применяя n-гексан или петролейный эфир. Растворитель выводится дистилляцией или выпариванием, а полученный жир извлекают и взвешивают по принципу Вейбулла-Бернтропа.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по *ГОСТ 24104*;

Миксер для гомогенизирования пробы. Например, использование ножа для рубки или скоростной миксер с сосудом ёмкостью в 1 л и с соответствующей крышкой.

Аппарат экстракционный непрерывный или полунепрерывный. Например, использование типа Сокслета, состоящего из колбы экстракционной (плоскодонной, короткогорлой), вместимостью 150 $см^3$, экстрактора с объемом сифона от 40 $см^3$ до 60 $см^3$, и действенного оросительного конденсатора, соответствующего осушительному патрону или ватной пробке.

Колбы экстракционные плоскодонные и короткогорлые вместимостью 150 $см^3$ по *ГОСТ 1770*.

Наконечники экстракционные, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия, не способствующие заметному осадку, или из целлюлозы, отдельного слоя, с внутренним диаметром 22 мм и наружной длиной 80 мм, для применения с экстрактным аппаратом.

Бани водяные, обеспечивающие поддержание температуры от 40 ^{0}С до 60 ^{0}С и от 30 ^{0}С до 40 ^{0}С.

Прибор нагревательный для экстракционного аппарата. Например, использование водяных бань, песчаных бань или плитки, регулируемой с помощью термореле.

Шарики стеклянные или кусочки фарфора, или кусочки карборунда, или другой материал, улучшающий эффект кипения, обезжиренный, непористый, не крошащийся при применении.

Колба коническая вместимостью до 250 $см^3$, соответствующая оросительному конденсатору типа Либиха.

Аппарат нагревательный для нагревания конической колбы, соответствующей конденсатору. Например, использование проволочной сетки и газовой горелки, электрической плитки или песчаной бани.

Контейнер с плотно закрывающей крышкой для проведения испытания образцов.

Воронка фильтровальная при использовании гофрированной фильтровальной бумаги.

Мензурки с носиками вместимостью 100 $см^3$ и 250 $см^3$ по *ГОСТ 1770*.

Дистиллятор для дистилляции растворителя из колб при температуре, не превышающей 100 ^0C.

Шкаф сушильный электрический с полностью открытыми, вентиляционными отверстиями, обеспечивающий температуру (102 ± 2) ^0C.

Цилиндр вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$ и 250 $см^3$.

Щипцы металлические для удерживания фильтровальной бумаги и наконечников.

Пинцет с плоским концом для удерживания бумаги фильтровальной и наконечников.

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709*.

Кислота соляная, разбавленная с массовой долей 20 %, плотностью 1,10 $г/см^3$.

Необходимо разбавить 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты CHl (p_{20} = 1,18 $г/см^3$) на 100 $см^3$ воды и перемешать.

Растворитель экстракционный, свободный от воды: n-гексан или петролейный (низкокипящий) эфир, имеющий температуру кипения от 30 ^0C до 60 ^0C.

Для проверки качества выделенного растворителя, необходимо дистиллировать 100 $см^3$ растворителя из колбы экстракционной, предварительно обработанной в соответствии с 6.4. Использовать пустую колбу экстракционную, очищенную тем же способом, для проверки массы (см. 9.1). Растворитель не должен оставлять осадок более 1,0 мг.

Если раствор не соответствует установленным требованиям, то необходимо раствор переместить или очистить.

Бумага фильтровальная диаметром 150 мм, гофрированная, среднего качества, обезжиренная.

Проверку качества фильтровальной бумаги проводят в соответствии с 6.3, используя растворитель. Чтобы проверить массу (см. 9.1), необходимо использовать пустую колбу экстракционную, предварительно обработанную по 6.4. Растворитель не должен оставлять осадок более 2,5 мг.

Несоответствующую фильтровальную бумагу допускается заменить следующим:

а) голубой лакмусовой бумагой;

б) диатомовой землей (необязательно; см. 6.5.3);

в) очищенной лактозой (необязательно; см. 6.5.3);

г) хлопок-сырец, обезжиренный эссенцией с растворителем в течение 90 мин и высушенный.

Часы с ценой деления 1 мин.

5 Отбор образцов

Отбор образцов проводится в соответствии с *ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809.*

ПРИМЕЧАНИЕ Все образцы жидких и вязких молочных продуктов должны храниться при температуре от 2 ^{0}С до 4 ^{0}С со времени отбора образца до времени начала процедуры. При хранении в герметизированных емкостях или колбах, образцы необходимо хранить при температуре ниже 20 ^{0}С.

6 Порядок проведения контроля

6.1 Подготовка образца

6.1.1 Жидкие молочные продукты

Необходимо взболтать и перевернуть контейнер. Открыть контейнер, слить вещество медленно во второй контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой) и смешать повторным переносом, заботясь о включении в образец каких-либо жиров или других составов, налипаемых к стенкам и поверхности первого контейнера. Если вещество еще содержит комочки или частицы ингредиентов, гомогенизировать их на миксере. По завершению переместить вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

При необходимости, закрытый контейнер устанавливают на водяной бане при температуре от 40 °С до 60 °С. Вынимать и взбалтывать контейнер необходимо усиленно каждые 15 минут. После 2 часов, контейнер снимается и остужается при комнатной температуре. Необходимо открыть крышку и основательно помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой (при выделении жирности образец не испытывается). Переместить вещество полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

6.1.2 Вязкие молочные продукты

Необходимо открыть контейнер и помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой. При возможности используют вращательные движения вверх и вниз, чтобы масса хорошо смешалась. Необходимо убедиться в включении в образец каких-либо жиров или других составов, налипаемых к стенкам и поверхности первого контейнера. Если вещество еще содержит комочки или частицы ингредиентов, гомогенизировать их миксером. По завершению, переместить образец, по возможности, полностью во второй контейнер и закрыть.

Если необходимо, установить закрытый контейнер в водяной бане при температуре от 30 °С до 40 °С. Вынуть контейнер, вытереть его снаружи и открыть. Выскребсти весь состав от налипаний во внутренней части контейнера, выложить на блюдо достаточным образом для позволения основательного помешивания, и мешать до тех пор, пока вся масса не станет однородной. Поместить образец, по возможности, полностью во второй контейнер и закрыть его.

6.1.3 Сухие молочные продукты

Необходимо основательно помешать многочисленными вращениями и переворачиванием контейнера. При необходимости, образец помещают в установленный воздухонепроницаемый контейнер с соответствующей ёмкостью для выполнения данного процесса.

Если продукт содержит все еще комки или частицы ингредиента, то гомогенизировать допускается на миксере.

6.2 Рабочая часть

Образец (см. 6.1) необходимо перемешивать взбалтыванием (в случае с густыми, вязкими или сухими продуктами) или осторожным переворачиванием контейнера три-четыре раза (в случае с жидкими продуктами) и сразу же взвесить в конической колбе, приблизительно 1 мг, от 3 г до 20 г образца соответствуют от 3 г до 3,5 г сухому веществу. Рабочая часть должна содержать не более 1,0 г жира; для удовлетворения данного требования, возможно, потребуется взять меньшую рабочую часть.

Рабочая часть должна быть, по возможности, полностью доставлена на дно конической колбы.

6.3 Контрольные испытания

Контрольные испытания проводят одновременно с определением, используя ту же процедуру и те же реактивы, но замещая разбавленную рабочую часть (см. 6.5.1) с 25 $см^3$ воды (см. 9.2).

6.4 Приготовление экстракционной колбы

Колбу необходимо просушить, содержащую несколько вспомогательных средств для кипячения, чтобы способствовала спокойному

кипению во время экстракции и последующего перемещения растворителя в сушильный шкаф на 60 минут при температуре 102 °С.

Колба должна охладиться (защищая от пыли) на 30 минут при комнатной температуре.

Необходимо избегать недостаточного охлаждения или переохлаждения, не допускается помещать колбу в сушильный шкаф.

С помощью щипцов помещают колбу на весы и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

6.5 Определение

6.5.1 В рабочую часть образца добавить воду с температурой 30 °С (см. 6.2) до получения общего объема 25 $см^3$ (4 моль/$дм^3$ раствора CHl) и основательно взболтать.

6.5.2 В разбавленную часть рабочего образца добавить 50 $см^3$ раствор CHl, при этом промывают стенки конической колбы и осторожно встряхивают. Присоединить колбу с дефлегматором, подогреть колбу до до момента кипения и затем прокипятить 30 минут вращательными движениями.

6.5.3 Промыть внутреннюю сторону конденсатора 75 $см^3$ на 150 $см^3$ водой с температурой 80 °С, снять коническую колбу с конденсатора и добавить горячую воду в колбу, так чтобы смыть внутри горловину и стенку. Допускается добавлять 1 г диатомовой земли или приблизительно 100 $см^2$ обезжиренной фильтровальной бумаги, разорвать на части, повысить скорость фильтрации. Данный метод особенно рекомендуется в случае при низком содержании обезжиренного сухого вещества.

ПРИМЕЧАНИЕ Фильтрация может быть также улучшена добавлением 1 г чистой лактозы в разбавленную часть рабочего образца по 6.5.1.

6.5.4 Сразу профильтровать состав колбы, заливая жидкость в стеклянный штабик, через гофрированную фильтровальную бумагу, полностью вымоченную в горячей воде, помещенную в фильтр воронку. Полностью промыть колбу три раза горячей водой с вспомогательными средствами из стеклянных штабиков по количеству фильтровальной бумаги. В конце необходимо промыть фильтровальную бумагу три раза горячей водой, промывая ее до тех пор, пока лакмусовая бумага не покажет бескислотное содержание. Не допускается применять воды более 400 $см^3$.

6.5.5 Вынуть фильтровальную бумагу из воронки, используя пинцет и вложить экстракционные наперстки так, чтобы верхний край бумаги составлял 20 мм ниже ободка. Поместить наперсток в мензурку объемом 100 $см^3$.

6.5.6 Подогреть стакан и его содержимое и коническую колбу со стеклянным штабиком, поместить в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 60 минут или 90 минут, сушить их полностью. Вынуть

стакан и коническую колбу со стеклянным штабиком из печи и дать им остудиться.

Фильтровальная бумага должна быть хорошо просушена, иначе впоследствии жирность неполностью экстрагируется. В случае при влажности фильтровальной бумаги и непрерывного экстрактора, с помощью растворимых в воде составов, капли могут проникать в экстракт, следовательно, быть причиной темного цвета и высокого показателя содержания жирности.

6.5.7 Держа наперсток пинцетом осторожно заткнуть его обезжиренной ватной пробкой и затем поместить в экстрактор. Отмерить 100 $см^3$ n-гексана или петролейного эфира в измерительном цилиндре; применить порции раствора в промывании верхушек пинцетов, внутренней стороны лабораторного стакана и конических колб и стеклянного штабика, производя промывание в подготовленной экстракционной колбе. Добавить остатки растворителя в экстракционную колбу так, чтобы смыть внутреннюю сторону горловины колбы.

6.5.8 Соединить экстракционную колбу с экстрактором, удерживая наперсток, соединить экстрактор с дефлегматором и нагревать колбу приблизительно 4 ч так, чтобы наперсток и его содержимое экстрагировались с 1 000 $см^3$ растворителем (20 сифонов).

6.5.9 Снять экстракционную колбу с экстракционного аппарата, промывая внутренюю сторону горловины колбы и верхушку конденсатора небольшим количеством растворителя. Затем осторожно дистилировать из колбы. Если применяется водяная баня, то протереть наружнюю часть колбы, удаляя любые водяные налеты.

6.5.10 Нагреть экстракционную колбу (помещенные на его стороне для прохождения пара растворителя для сброса) в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 60 минут. Снять экстракционную колбу с печи дать ему остудиться (не в сушильной печи, защищая от пыли) при комнатной температуре (не менее 30 минут) и взвесить с точностью до 0,1 мг. Не протирать колбу непосредственно до взвешивания. Поместить колбу на весы, применяя щипцы (избегать, в особенности, температурные перепады).

6.5.11 Повторить процедуру по 6.5.10 до момента снижения массы на 1,0 мг или меньше, или повышения, между двумя последующими взвешиваниями. Зафиксировать минимальную массу, как массу колбы и экстрагированного вещества.

7 Обработка результатов

Массовую долю жира, w, %, вычисляют по формуле 1:

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

где m_0 - масса рабочей части образца (см. 7.2), г;

m_1 - масса экстракционной колбы и экстрагированного вещества по 6.5.11, г;

m_2 - масса пустой колбы (см. 6.4), г;

m_3 - масса экстракционной колбы, используемой в контрольном испытании (см. 6.3), и экстрагированного вещества по 6.5.11, г;

m_4 - масса приготовленной колбы (см. 6.4), применяемой при контрольных испытаниях (см. 6.3), г.

Результат испытания округляют с точностью до 0,01 %.

8 Точность метода

8.1 Межлабораторные испытания

Значения для повторяемости и воспроизводимости выражаются при 95 % вероятного уровня и выводятся из результатов межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6.*

8.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами испытания, полученными с использованием одного метода на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории таким же лаборантом с применением такого же оборудования в короткий интервал времени, должна быть не более чем 5 % случаев следующих значений:

а) для молочных продуктов, имеющих содержание жира более 20 % (массовая доля):

1 % содержания жира;

б) для молочных продуктов, имеющих содержание жира более 5 % и выше, включая 20 % (массовая доля):

0,2 г жира на 100 г продукта;

в) для молочных продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля) и менее:

0,1 г жира на 100 г продукта;

г) для жидких молочных продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля):

1 г содержания жира;

д) для жидких молочных продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля) и менее:

0,05 г жира на 100 г продукта.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытания, полученными с использованием одного и того же метода, производимого над идентичным испытательным материалом, в разных лабораториях разными операторами, использующими разное оборудование, в не более 5 % случаях будет больше следующих значений:

а) для продуктов, имеющих содержание жира более 20 % (массовая доля):

2 % содержания жира;

б) для продуктов, имеющих содержание жира более 5 % и выше, включая 20 % (массовая доля):

0,4 г жира на 100 г продукта;

в) для продуктов, имеющих содержание жира 5 % (массовая доля) и менее:

0,2 г жира на 100 г продукта;

г) для жидких продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля):

2 % содержания жира;

д) для жидких продуктов, имеющих содержание жира 5 % (массовая доля) и менее:

0,1 г жира на 100 г продукта.

9 Примечания к процедуре

9.1 Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги

В настоящих контрольных испытаниях, сосуд, предназначенный для контроля массы должен применяться для проверки изменения в атмосферных условиях лаборатории или тепловых эффектов сосуда для сбора жира, которые должны указывать присутствие и отсутствие неразрушающего вещества в экстракте реактива. Сосуд должен применяться как противовесовый сосуд в случае двухчашевых весов. Иным способом, отклонения присоединенной массы $[(m_3 - m_4)]$ по формуле 1 контролирующего сосуда должны обосновываться как масса сосуда для сбора жира, применяемого для контрольного испытания. Следовательно, изменения в присоединенной массе сосуда для сбора жира, корректированные для кажущегося изменения в массе контроля контролирующего сосуда, не должны превышать 0,5 мг.

В некоторых случаях растворитель может содержать летучее вещество, которое сохраняется в жире. При присутствии такого вещества контрольные

испытания проводятся с использованием сосуда для сбора жира и 1 г свежего безводного молочного жира. При необходимости раствор дистиллируют в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 $см^3$ растворителя. Растворитель используют недолго после дистилляции.

9.2 Контрольные испытания

Значения, полученные при контрольных испытаниях, выполненных одновременно с определением, дают возможность присоединенной массе, выведенной из реактивов и фильтровальной бумаги, даже при любых изменениях в атмосферных условиях лаборатории и температурной разницы между сосудом для сбора жира и лаборатории для взвешивания на двух взвешиваниях (см. 6.4 и 6.5.11).

При благоприятных условиях (низкое значение при контрольном испытании на растворителе и фильтровальной бумаге, постоянная температура лаборатории для взвешивания, достаточное время охлаждения для сосуда сбора жира), значение будет составлять менее чем 3 мг. Возможно, значение получится до 5 мг. При применении исправления на значение более чем 5 мг, данный результат должен указываться в протоколе испытания (см. раздел 10).

Если значение, полученное при контрольных испытаниях, постоянно превышает 3 мг, то растворитель и фильтровальная бумага должны проверяться, заменяться и очищаться.

10 Оформление результатов испытаний

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- информацию, необходимую для идентификации образца;
- метод отбора образцов, если известен;
- метод испытания;
- все операционные моменты, которые могут влиять на результат испытания;
- результаты испытания;
- контрольное значение составляет $[(m_3 - m_4)$ *по формуле* 1$]$, если оно превышает 5 мг.

УДК 637.1/3:664:637.041:543.557-027.512:006.354(574) **МКС 67.100**

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, жидкие молочные продукты, вязкие молочные продукты, сухие молочные продукты, определение содержания жира, гравиметрический метод, метод по Вейбуллу-Бернтропу

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru