ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ
Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
2-бөлім
Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА
Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)
Часть 2
Мороженое и смеси для мороженого

ҚР СТ ИСО 8262-2-2009

ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (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)
2-бөлім
Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар

ҚР СТ ИСО 8262-2-2009

ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (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 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop grav imetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (Сүт өнімдері және сүт негізіндегі тағам өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бақылау әдісі). 2-бөлім. Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар) 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 қараған (жойған) немесе ауыстырған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде 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

	Кіріспе	IV
1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әдістің маңыздылығы	2
4	Реактивтер мен материалдар	3
5	Құралдар	3
6	Үлгілерді іріктеу	5
7	Бақылауды өткізу тәртібі	5
7.1	Үлгілерді дайындау	5
7.2	Үлгінің жұмысшы бөлігі	6
7.3	Бақылау сынақтары	7
7.4	Шайғындау құтыны дайындау	7
7.5	Анықтама	7
8	Бақылау нәтижелерін өңдеу	9
9	Әдістің дәлдігі	9
9.1	Зертханааралық сынақтар	9
9.2	Қайталанғыштығы	9
9.3	Өндірімділігі	10
10	Процедураға берілетін ескертпелер	10
10.1	Еріткішті және сүзгіш қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары	10
10.2	Бақылау сынақтары	11
11	Бақылау 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 әдісіне, 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 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)

2-бөлім
Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт Роше-Готлиб әдісі қолданылмайтын (құрамында тұрақтандырғыш және қоюландырғыш деңгейі жұмыртқа сарысы немесе көкөністер немесе осы консистенция құрамы өте жоғары өнімдері үшін) балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалардағы майдың құрамын анықтаудың бақылау әдісін белгілейді.

ЕСКЕРТПЕ Құрамында жоғарыда аталған ингредиенттер болмайтын немесе аздап болатын балмұздақ және сүт негізіндегі балмұздаққа арналған қоспалар ИСО 7328 сәйкес RG принциптерін пайдаланатын әдіспен белгіленуі мүмкін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай 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.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) 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. Практикады дәлдік мәнін пайдалану.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгіш қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

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

ИСО 7328-2008 Балмұздақ және сүт негізіндегі балмұздаққа арналған қоспалар. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі)*.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарты 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

Үлгі тұз қышқылы ерітіндісімен қайнату кезінде буланады. Содан кейін майлы заттарды алу үшін *ГОСТ 12026* бойынша суланған сүзгіш қағаз арқылы сүзіледі, майдан кейін н-гексан немесе петролейн (қайнауы төмен) эфирді пайдаланып, құрғақ сүзгіш қағаздан алынады. Еріткіш дистилляциялау немесе булау арқылы шығарылады, ал алынған заттар өлшенеді. Осы әдіс Вейбулл-Бернтроп принципі ретінде белгілі.

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады.*

4 Реактивтер мен материалдар

Аталған әдіспен сынақ жүргізу кезінде көзге көрінетін тұнба қалдырмайтын реактивтер мен материалдарды пайдаланады, сондай-ақ тазартылған су немесе ионсыздандырылған су немесе тиісті тазалық деңгейіндегі су қолданылады:

- шамамен 20 % (салмақтық үлесі) HCl, p_{20} шамамен 1,10 г/см^3 болатын сұйытылған тұз қышқылы.

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

- судан бос шайғындау еріткіш: н-гексан немесе петролейн (қайнауй төмен) 30 ^{0}С бастап 60 ^{0}С дейін қайнау температурасы болатын эфир.

Бөлінген еріткіш сапасын тексеру үшін 7.4 сәйкес алдын ала өңделген шайғындау құтынан алынған 100 см^3 еріткішті сүзу керек. Салмағын тексеру үшін сондай тәсілмен тазартылған бос шайғындау құтыны пайдалану керек (10.1 қараңыз). Еріткіш 1,0 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс.

Егер еріткіш белгіленген талаптарға сәйкес келмесе, онда еріткішті араластырып немесе тазалау керек;

- сапасы орта, майсыздандырылған, бүрмеленген, диаметрі 150 мм сүзгіш қағаз.

Сүзгіш қағаз сапасын тексеру еріткішті пайдалана отырып, 7.3 сәйкес өткізеді. Салмағын тексеру үшін (10.1 қараңыз) 7.4 бойынша алдын ала өңделген бос экстрактты құтыны пайдалану керек. Еріткіш 2,5 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс.

Сәйкес келмейтін сүзгіш қағазды мыналармен ауыстыруға рұқсат етіледі.

- көк лакмус қағазы;
- диатом жер (міндетті емес; 7.5.3 қараңыз);
- тазартылған лактоза (міндетті емес; 7.5.3 қараңыз);
- кептірілген және 1,5 сағ бойы еріткіш эссенциясымен майсыздандырылған шитті – мақта.

5 Құралдар

ЕСКЕРТПЕ Электрлік құралдарды қолдану кезінде ұшатын, өртке қауіпті еріткіштерді пайдалану осындай еріткіштерді пайдалану қаупімен байланысты заңнаманы сақтауға талап етеді.

Сынақ мынадай құралдармен өткізіледі:

а) аналитикалық таразылар *ГОСТ 24104* бойынша;

б) 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 және кептіргіш патронға немесе мақта

сынамасына сәйкес келетін қолданылып жүрген суландыратын конденсатордан тұратын Сокслет типін пайдалану;

в) сыйымдылығы 150 $см^3$ түбі жалпақ және мойны қысқа шайғындау құты, *ГОСТ 1770* бойынша;

г) 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;

д) температураны ұстайтын су моншасы:

1) 40 ^{0}С бастап 60 ^{0}С дейін,

2) 30 ^{0}С бастап 40 ^{0}С дейін;

е) шайғындау аппаратына арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, термо реле көмегімен реттелетін су моншасы, құмды монша немесе плиткаларды пайдалану;

ж) шыны моншақ немесе сынбаған, тесік емес фарфор тіліктері немесе кремний карбиды сияқты қайнатуға арналған майсыздандырылған қосалқы құралдар.

и) Либих типіне басым қолданылатын суландыратын конденсаторға сәйкес келетін сыйымдылығы 250 $см^3$ конус тәрізді құты;

к) конденсаторға сәйкес келетін конус құтын қыздыруға арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, сым торы және газ шілтері, электрлік плитка немесе құмды моншаны пайдалану;

л) сүзгіш құйғы бүрмеленген сүзгіш қағазды пайдалану кезінде ынғайлы;

м) сыйымдылығы 100 $см^3$ және 250 $см^3$. шүмегі бар өлшектер;

н) 100 ^{0}С аспайтын температура кезіндегі құтыдан алынған еріткішті мұқият дистилляциялауға арналған;

п) барлық жұмыс кеңістігі бойынша (102 ± 2) ^{0}С температурада ұстап тұратын желдеткіш тесігі толық ашық, электрлік қыздырылатын кептіргіш шкаф.

Шкаф қолданылатын термометрге сәйкес келуге тиіс;

р) сыйымдылығы 50 $см^3$, 100 $см^3$ және 250 $см^3$.өлшегіш цилиндр;

с) сүзгіш қағазды және ұштарын ұстап тұруға арналған металдан жасалған қысқыш;

т) сүзгіш қағазды және ұштарын ұстап тұруға арналған ұшы жалпақ пинцет;

у) бөлу бағамы 1 мин болатын сағат.

---

1) Политетрафторэтилен.

6 Үлгілерді іріктеу

Сыналатын үлгілер зертханаға жіберілуге тиіс. Тасымалдау немесе сақтау кезінде үлгілер зақымдалмауға тиіс.

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

Барлық сұйық және тұтқыр үлгілер үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедура басталу уақытына дейін 2 ^{0}С - 4 ^{0}С температурада сақталуға тиіс. Қымталған ыдыста немесе құтыда сақтау кезінде үлгілерді 20 ^{0}С төмен температурада сақтау керек.

Мұздатылған үлгілер үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедура басталу уақытына дейін 18 ^{0}С артық емес температурада сақталуға тиіс.

7 Бақылауды өткізу тәртібі

7.1 Үлгілерді дайындау

7.1.1 Балмұздақ

Мұзды емес сипатты кез келген қабатты жылжытқаннан кейін үлгілерді тілімдерге кесу керек.

Көп қабатты өнімнің әр қабатындағы майдың құрамын анықтау үшін мұздатылған қабатты бөлу керек. Сынау үшін әрбір қабатынан бөлек сыналатын үлгілерді дайындау мына тәсілмен өткізіледі.

Жалпы салмағы 100 г (мүмкіндік болса) бірнеше тілімдер таңдалып іріктеледі. Жабық миксерде тілімдер зертханалық температураға дейін жібуге тиіс. Таза өнімді шамамен 2 минут, ал қатты бөлшектері болатын өнімдерді (мысалы, жаңғақ, қатты карамель тіліктер) біркелкі қоспа алғанға дейін кемінде 7 минут араластыру керек.

Температура жібу және араласу кезіндегі кез келген уақытта 12 ^{0}С аспауға тиіс.

Егер майдың бөлінуі немесе «араласу» болса, қоспаны ауыстыру және араластыру қысқа уақытын пайдаланып дайындық процесін қайталау керек.

Араластырған үлгілерді тиісті қымталған контейнерге қояды және сынақты 1 сағат бойы жалғастырады.

7.1.2 Балмұздаққа арналған сұйық қоспалар

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.

Затты екінші контейнерге мүмкіндігінше толық орналастыру керек. Содан кейін осы контейнерді жабу керек.

7.1.3 Тұтқыр өнімдер.

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 құрамы басқа үлгіге қосу туралы қамтамасыз ету 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.

7.1.4 Құрғақ өнімдер

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.

7.2 Үлгінің жұмысшы бөлігі

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

Жұмысшы бөлік конустық құтының түбіне мүмкіндігінше толығымен жетуге тиіс.

7.3 Бақылау сынақтары

Бақылау сынақтары бірдей процедураны және бірдей реактивтерді пайдаланып, анықтаумен бір мезгілде, 25 $см^3$ сумен сұйытылған жұмыс бөлігінің орнын басып өткізіледі.

7.4 Шайғындау құтыны дайындау

Шайғындау кезінде және кейіннен 102 °С температурада 1 сағ кептіргіш шкафта еріткішті құю кезінде ақырын қайнауына әсер етеу үшін етіп, қайнауға арналған бірнеше қосалқы құралы болатын құтыны кептіру керек.

Құты 18 °С до 23 °С температура кезінде 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 дәлдік дейін өлшейді.

7.5 Анықтама

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

7.5.2 50 $моль/дм^3$ тұз қышқылы 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.

7.5.3 150 $см^3$ ыстық сумен (кемінде 80 °С) 75 $см^3$ бөлігімен конденсатордың ішкі жағын жуады, 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 жұмысшы үлгінің сұйытылған бөлігіне 1 г таза лактоза қосып жақсартылуы мүмкін.

7.5.4 Бүрмеленген сүзгіш қағаз арқылы құйғы сүзгішіне құйылған ыстық суда толығымен суланған шыны штабикте 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 қағаз түссіз құрамды көрсеткенге

дейін оны шая отырып, сүзгіш қағазды ыстық сумен үш рет шаю керек. 400 $см^3$ артық су қолдануға болмайды. Сүзгіш қағазды суағарға жіберу керек.

7.5.5 Қысқышты пайдалана отырып сүзгіш қағазды құйғыдан алады және қағаздың жоғары жағы жиегінен 20 мм төмен құратындай етіп шайғындау оймағына салады. Оймақты 100 $см^3$ зертханалық стақанға салады.

7.5.6 Стақан және оның ішіндегісін қыздырады және шыны штабикті конус тәрізді құтыны кептіргіш шкафта қою керек және 102 °С температурада 1 немесе 1.5 сағатқа толығымен қалдырады. Стақан мен шыны штабигі болатын конус тәрізді құтыны пештен шығарып және 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, демек, май құрамының қоңыр түсі және жоғары көрсеткішінің себебі болуы мүмкін.

7.5.7 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 құтында 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 құтына еріткіш қалдығын қосу керек.

7.5.8 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).

7.5.9 Құты мойнының 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.

7.5.10 Шайғындау құтыны (түсіру үшін еріткіш буын өткізу үшін оның жағында орналасқан) кептіргіш шкафта қыздыру керек, 102°С температурада 1 сағатқа 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.

7.5.11 Операцияны 7.5.10 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 минималды салмағын тіркеу керек.

8 Бақылау нәтижелерін өңдеу

Салмақтық үлесі пайызбен өрнектелген w майдың құрамы (1) формула бойынша теңестіріледі:

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

мұндағы m_0 - үлгінің жұмыс бөлігінің салмағы (7.2 қараңыз), г;

m_1 - 7.5.11-де белгіленген шайғындау құтының және шайғындау затының салмағы, г;

m_2 - дайындалған құтының салмағы (7.4 қараңыз), г;

m_3 - бақылау сынағында пайдаланылатын (7.3 қараңыз) және 7.5.11-де белгіленген шайғындалған заттың шайғындау құтының салмағы, г;

m_4 - бақылау сынағында (7.3 қараңыз) қолданылатын дайындалған құтының (7.4 қараңыз) салмағы.

Сынақ нәтижелері 0,01 % дейінгі дәлдікпен дөңгелектенеді.

9 Әдістің дәлдігі

9.1 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.

9.2 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):

1 % майдың құрамы;

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

100 г өнімде 0,2 г май;

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

100 г өнімге 0,1 г май;

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

майдың құрамы;

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

100 г өнімге 0,5 г май.

9.3 Өндірімділігі

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы бірдей сынақ материалында әр түрлі зертханада, әр түрлі жабдықты қолданып, әр түрлі сол 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.

10 Процедураға берілетін ескертпелер

10.1 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.

10.2 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 мен екі өлшемде өлшеуге арналған зертхана арасындағы температуралық айырмашылық кезінде де біріктірілген салмаққа мүмкіндік береді (7.4 және 7.5.11 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 (11-бөлімді қараңыз).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәні 3 мг тұрақты артса, онда еріткіш пен сүзгіш қағаз тұрақты тексерілуге (егер соңғы уақытта болады), ауыстырылуға және тазартылуға тиіс.

11 Бақылау 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/.3:664:637.041:543.557:663.674:006.354(574) **МСЖ 67.100**

Түйінді сөздер: сүт, сүт өнімдері, мұздатылған, тұтқыр өнімдері, сұйық өнімдер, құрғақ өнімдер, 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 2
Мороженое и смеси для мороженого

СТ РК ИСО 8262-2-2009

ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (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 к международному стандарту ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop grav imetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 2. Мороженое и смеси для мороженого), 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

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	2
4	Реактивы и материалы	3
5	Приборы	3
6	Отбор образцов	5
7	Порядок проведения контроля	5
7.1	Подготовка образцов	5
7.2	Рабочая часть	6
7.3	Контрольные испытания	7
7.4	Приготовление экстракционной колбы	7
7.5	Определение	7
8	Обработка результатов контроля	9
9	Точность метода	9
9.1	Межлабораторные испытания	9
9.2	Повторяемость	9
9.3	Воспроизводимость	10
10	Примечания к процедуре	10
10.1	Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги	10
10.2	Контрольные испытания	11
11	Оформление результатов контроля	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 2
Мороженое и смеси для мороженого

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания жира в мороженом и смесях для мороженого (для продуктов, которые содержат высокий уровень стабилизатора и загустителя, яичного желтка или фруктов, или комбинации данных консистенций), для которых метод по Роше-Готтлиба не применяется.

ПРИМЕЧАНИЕ Мороженое и смеси для мороженого на молоке, не содержащие или содержащие не более нескольких процентов вышеперечисленных ингредиентов, могут быть установлены методом, использующим принцип RG в соответствии с ИСО 7328.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие 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.

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.

Издание официальное

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 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

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 7328-2008 Мороженое и смеси для мороженого на основе молока. 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

Образец выпаривается при кипении с разбавленной соляной кислотой. Затем фильтруется через смоченную фильтровальную бумагу по *ГОСТ 12026*, для удержания жирных веществ, после жир извлекается из сухой фильтровальной бумаги, с использованием н-гексана или петролейного (низкокипящего) эфира. Растворитель выводится путем дистилляции или выпаривания, а полученные вещества взвешиваются. Настоящий метод известен как принцип по Вейбуллу-Бернтропу.

---

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

4 Реактивы и материалы

Используются реактивы и материалы, которые не оставляют заметного осадка при проведении испытаний указанным методом. А также применяется дистиллированная или деионизированная вода, или вода с соответствующей степенью чистоты:

- разбавленная соляная кислота, содержащая приблизительно 20 % (весовая доля) HCl, p_{20} приблизительно 1,10 г/см^3.

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

- экстрактный растворитель, свободный от воды: н-гексан или петролейный (низкокипящий) эфир, имеющий температуру кипения от 30 ^{0}С до 60 ^{0}С.

Для проверки качества выделенного растворителя, необходимо дистиллировать 100 см^3 растворителя из экстрактной колбы, предварительно обработанной в соответствии с 7.4. Использовать пустую экстрактную колбу, очищенную тем же способом, для проверки массы (см. 10.1). Растворитель не должен оставлять осадок более 1,0 мг.

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

- фильтровальная бумага диаметром 150 мм, гофрированная, среднего качества, предпочтительно обезжиренная.

Проверку качества фильтровальной бумаги проводят в соответствии с 7.3, используя растворитель. Чтобы проверить массу (см. 10.1), необходимо использовать пустую экстрактную колбу, предварительно обработанную по 7.4. Растворитель не должен оставлять осадок более 2,5 мг.

Несоответствующую фильтровальную бумагу допускается заменить следующими:

- голубая лакмусовая бумага;
- диатомовая земля (необязательно; см. 7.5.3);
- очищенная лактоза (необязательно; см. 7.5.3);
- хлопок-сырец, обезжиренный эссенцией с растворителем в течение 1,5 ч и высушенный.

5 Приборы

ПРИМЕЧАНИЕ Использование летучих огнеопасных растворителей, при применении электрических приборов, может потребовать соблюдения законодательства, связанного с риском в использовании таких растворителей.

Испытания проводят на следующих приборах:

а) аналитические весы по *ГОСТ 24104*;

б) экстракционный аппарат, непрерывный или полунепрерывный. Например, использование типа Сокслета, состоящего из экстрактной колбы (плоскодонной, короткогорлой), ёмкостью 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.

в) экстракционные колбы, емкостью 150 $см^3$, плоскодонные и короткогорлые по *ГОСТ 1770*;

г) экстракционные наконечники, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия или PTFE[1)], не способствующие заметному осадку, или из целлюлозы, отдельного слоя, с внутренним диаметром 22 мм и внешней длиной 80 мм, для применения с экстрактным аппаратом;

д) водяные бани, поддерживающие температуру:

1) от 40 ^0C до 60 ^0C,

2) от 30 ^0C до 40 ^0C;

е) нагревающий аппарат, для экстрактного аппарата. Например, использование водяных бань, песчаных бань или плитки, регулируемой с помощью термореле;

ж) вспомогательные средства для кипячения, обезжиренные, такие как стеклянные бусы или кусочки неломкого, непористого фарфора или карбид кремния.

и) коническая колба, емкостью 250 $см^3$, соответствующая оросительному конденсатору, предпочтительно типу Либиха.

к) нагревающий аппарат, для нагревания конической колбы, соответствующей конденсатору. Например, использование проволочной сетки и газовой горелки, электрической плитки или песчаной бани.

л) фильтровальная воронка, удобна при использовании гофрированной фильтровальной бумаги.

м) мензурки с носиками, емкостью 100 $см^3$ и 250 $см^3$.

н) дистиллятор, для осторожной дистилляции растворителя из колб при температуре, не превышающей 100 ^0C.

п) шкаф сушильный, электрически нагреваемый, с полностью открытыми вентиляционными отверстиями, поддерживающийся при температуре (102 ± 2) ^0C по всему рабочему пространству.

Шкаф должен соответствовать применяемому термометру.

р) цилиндр измерительный, емкостью 50 $см^3$, 100 $см^3$ и 250 $см^3$.

с) щипцы, сделанные из металла, подходящего для удерживания фильтровальной бумаги и наконечников.

т) пинцет, с плоским концом, для удерживания фильтровальной бумаги и наконечников.

у) часы с ценой деления 1 мин.

---

1) Политетрафторэтилен.

6 Отбор образцов

Испытываемые образцы должны быть направлены в лабораторию. Во время транспортировки или хранения образцы не должны подвергаться повреждению.

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

Все жидкие и вязкие образцы должны храниться при температуре от 2^0С до 4^0С, со времени отбора образца до времени начала процедуры. При хранении в герметизированных емкостях или колб, образцы необходимо хранить при температуре ниже 20 ^{0}С.

Замороженные образцы должны храниться при температуре не более 18^0С, со времени отбора образца до начала процедуры.

7 Порядок проведения контроля

7.1 Подготовка образца

7.1.1 Мороженое.

После перемещения любого слоя не ледяного характера, необходимо разрезать образец на кусочки.

Для определения содержания жира в каждом слое многослойного продукта, необходимо отделить слои в замороженном виде. Подготовка отдельных испытываемых образцов с каждого слоя для испытания проводится следующим способом.

Выборочно отбираются несколько кусочков общей массой 100 г (при возможности). В закрытом миксере кусочки должны размякнуть до лабораторной температуры. Размешивать чистые продукты необходимо приблизительно 2 минуты, а продукты, содержащие твердые частицы (например, орехи, твердые карамельные ломтики), - не более 7 минут до получения однородной смеси.

Температура не должна превышать 12 ^{0}С в любое время в течение размягчения и смешивания.

Если произошло отделение жира или «перемешивание», необходимо заменить смесь и повторить подготовительный процесс, используя короткое время смешивания. Сразу же переместите смешанные образцы в подходящий герметичный контейнер и продолжьте испытание в течение 1 часа.

7.1.2 Жидкие смеси для мороженого.

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 соответствующим

смесителем. В заключение, переместить вещество по возможности полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

При необходимости, закрытый контейнер устанавливают в 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, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

7.1.3 Вязкие 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 соответствующим смесителем. 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.

7.1.4 Сухие продукты

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

Если продукт содержит все еще комки или частицы ингредиента, то гомогенизировать его соответствующим смесителем.

7.2 Рабочая часть

Образец 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 до 20 г образца соответствуют от 3 до 3,5 г сухому веществу. Рабочая часть будет 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.

7.3 Контрольные испытания

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

7.4 Приготовление экстракционной колбы

Колбу необходимо просушить, содержащую несколько вспомогательных средств для кипячения, чтобы способствовать спокойному кипению во время экстракции и последующего перемещения растворителя в сушильный шкаф на 1 час при температуре 102 °С.

Колба должна охладиться (защишая от пыли) на 30 минут при температуре 18 °С до 23 °С.

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

С помощью щипцов поместить колбу на весы и взвесить с точностью до 0,1 мг.

7.5 Определение

7.5.1 Добавить воду с температурой 30 °С в рабочую часть образца до получения общего объема 25 $см^3$ (для получения 4 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты) и взболтать основательно.

7.5.2 Добавить 50 $см^3$ раствора соляной кислоты в разбавленную часть рабочего образца, промывая стенки конической колбы во время добавления, и помешать осторожно взбалтыванием. Присоединить колбу с дефлегматором, подогреть колбу до момента начала кипения и затем прокипятить 30 минут вращательными движениями.

7.5.3 Промыть внутреннюю сторону конденсатора 75 $см^3$ частью 150 $см^3$ горячей воды (по крайней мере 80 °С), снять коническую колбу с конденсатора и добавить горячей воды 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 при низком содержании обезжиренного сухого вещества.

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

7.5.4 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 применять более чем 400 $см^3$ воды. Отправить фильтровальную бумагу на водосток.

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

7.5.6 Подогреть стакан и его содержимое и коническую колбу со стеклянным штабиком, поместить в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 1 или 1,5 часа, 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.

7.5.7 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.

7.5.8 Соединить экстракционную колбу с экстрактором, удерживая наперсток, соединить экстрактор с дефлегматором и нагревать колбу приблизительно 4 часа так, чтобы наперсток и его содержимое экстрагировались, по крайней мере, 1000 $см^3$ растворителем (20 сифонов).

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

7.5.10 Нагреть экстракционную колбу (помещенные на его стороне для прохождения пара растворителя для сброса) в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 1 час. 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).

7.5.11 Повторить операции по 7.5.10 до момента снижения массы на 1,0 мг или меньше, или повышения, между двумя последующими взвешиваниями. Зарегистрировать минимальную массу, как массу колбы и экстрагированного вещества.

8 Обработка результатов контроля

Содержание жира, w, выраженное как массовая доля в процентах, равняется по формуле 1:

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

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

m_1 - масса экстракционной колбы и экстрагированного вещества, установленного в 7.5.11, г;

m_2 - масса приготовленной колбы (см. 7.4), г;

m_3 - масса экстракционной колбы, используемой в контрольном испытании (см. 7.3), и экстрагированного вещества, установленного в 7.5.11, г;

m_4 - масса приготовленной колбы (см. 7.4), применяемой в контрольном испытании (см. 7.3), г.

Результат испытания округляют с точностью до 0,01 %.

9 Точность метода

9.1 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*.

9.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными 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 продуктов, имеющих содержание жира более 20 % (массовая доля):

1 % содержания жира;

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

0,2 г жира на 100 г продукта;

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

0,1 г жира на 100 г продукта;

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

1 г содержания жира;

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

0,05 г жира на 100 г продукта.

9.3 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.

10 Примечания к процедуре

10.1 Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги

В данных контрольных испытаниях, сосуд, предназначенный для контроля массы, должен применяться для того, чтобы проверить изменения в атмосферных условиях лаборатории или тепловых эффектов жирособирающего сосуда, 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 жирособирающего сосуда, применяемого для контрольного испытания.

Следовательно, изменения в присоединенной массе жирособирающего сосуда, корректированные для кажущегося изменения в массе контроля контролирующего сосуда, не должны превышать 0,5 мг.

Очень редко растворитель может содержать летучее вещество, которое крепко сохраняется в жире. Если оно является показателем наличия такого вещества, выполнить контрольное испытание с использованием жирособирающего сосуда с 1 г свежего безводного молочного жира. При необходимости, дистиллировать растворитель в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 $см^3$ растворителя. Растворитель используют только недолго после дистилляции.

10.2 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 жирособирающим сосудом и лаборатории для взвешивания на двух взвешиваниях (см. 7.4 и 7.5.11).

При благоприятных условиях (низкое значение при контрольном испытании на растворителе и фильтровальной бумаге, постоянная температура лаборатории для взвешивания, достаточное время охлаждения для жирособирающего сосуда), значение будет составлять менее чем 3 мг. Можно натолкнуться на слегка повышенное значение до 5 мг. После исправления для данных значений, результат будет все еще точным. Когда применяется исправление на значение более чем 5 мг, то данный результат должен указываться в протоколе испытания (см. раздел 11).

Если значение, полученное в данном контрольном испытании, регулярно превышает 3 мг, то растворитель и фильтровальная бумага должны регулярно проверяться (если данное совершается в последнее время) и должны заменяться и очищаться.

11 Оформление результатов контроля

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/.3:664:637.041:543.557:663.674:006.354(574) **МКС 67.100**

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, мороженное, вязкие продукты, жидкие продукты, сухие 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