ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗДІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

Майдың болуын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
1-бөлім
Балалар тағамы өнімдері

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод)
Часть 1
Продукты детского питания

ҚР СТ ИСО 8262-1-2009

ISO 8262-1:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 1. Infant foods (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 НЕГІЗДІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

Майдың болуын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
1-бөлім
Балалар тағамы өнімдері

ҚР СТ ИСО 8262-1-2009

ISO 8262-1:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 1. Infant foods (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 министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2009 жылғы 17 тамыздағы № 418-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбеу қаріппен белгіленіп қосымша талаптарымен ISO 8262-1:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 1. Infant foods (ИСО 8262-1:2005 Сүт өнімдері және сүт негізді тағам өнімдері. Майдың болуын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі). 1-бөлік. Балалар тағамы өнімдері халықаралық стандартына балама

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы заңының, «Сүт және сүт өнімдерінің қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламенттің нормалары іске асырылды

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

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа өзгертулер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгертулер мәтіні - «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық сілтемелерінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған (жойған) немесе ауыстырған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады

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

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗДІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

Майдың болуын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
1-бөлім
Балалар тағамы өнімдері

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт сүт және бала тағамдары өнімдерінің өзге түрлеріне негізделген, 5 %-дан астам (құрғақ заттың салмақтық үлесі) крахмал немесе декстрин немесе көкөністер, жемістер, еттер және т.б. тұратын бала тағамдары өнімдерінде май болуын анықтаудың бақылау әдісін белгілейді.

Осы әдіс сәйкес сандарда бос май қышқылдарынан тұратын немесе толық аммиакта ери алмайтын қатты бөлшектерден тұратын өнімдерге қолданылады.

ЕСКЕРТПЕ Сүт негізді балалар тағамының өзге өнімдері *ҚР СТ ИСО 8381* сәйкес Роше-Готлид бойынша қағидатты пайдаланып әдіспен бақылана алады. Балалар тағамы өнімдерінде жиі кездесетін жоғары молекулярлық декстриндерсіз мия-декстриндер жоғары пайыздармен көрінетін Роше-Готлид бойынша шайғындауды бұзбайды.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ ИСО 8381-2009 Сүт негізді балалар тағамы өнімдері. Майдың болуын анықтау. Гравиметриялық әдіс (бақылау әдісі).

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) Зертханалық өлшемді шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

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

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және прецизиялық). 1-бөлік. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиялық). 2-бөлік. Стандартты өлшеу әдісінің қайталанғыштығы мен көрсетілуін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиялық). 3-бөлік. Стандартты өлшеу әдісінің аралық тексерімдік көрсеткіштері.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиялық). 4-бөлік. Өлшеудің стандартты әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиялық). 5-бөлік. Стандартты өлшеу әдісінің тексерімдігін анықтаудың балама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиялық). 6-бөлік. Дәлдік мәндерін практикада пайдалану.

ГОСТ 12026-76 Сүзгіш зертханалық қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

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

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдаланған жағдайда сілтеме стандарттардың қолданысын жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» атты ақпараттық сілтеме бойынша үстіміздегі жылға арналған жағдай бойынша және сәйкес ай сайын шығарылатын үстіміздегі жылы жарияланған ақпараттық сілтемемен тексерген дұрыс. 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 Әдіс негізі

Үлгі тұз қышқылының ерітіндісінің буымен буланады және *ГОСТ 12026* бойынша сіңдірілген сүзгі қағаз арқылы майлы затты тұту үшін сүзіледі, содан кейін май n-гексан немесе петролейлі эфир қолданылып, кептірілген сүзгі қағаздан алынады. Еріткіш сүзілумен немесе буланумен кетіріледі және заттар алынып өлшенеді (осы әдіс Вейбулл-Бернтроп қағидаты ретінде белгілі).

4 Реактивтер мен материалдар

Белгіленген әдіспен өлшеулерді орындау кезінде елеулі қалдықтар қалдырмайтын реактивтер ғана қолданылады. Сондай-ақ дистилденген немесе ионы алынған су немесе сәйкес тазалық деңгейлі су қолданылады:

- шамамен 20 % (салмақтық үлесі) HCl, ρ_{20}, шамамен 1,10 г/см^3 тұратын араласқан тұз қышқылы.

100 см^3 шоғырланған тұз қышқылын (ρ_{20} = 1,18 г/ см^3) 100 см^3 сумен қосады және араластырады;

- суы жоқ шайғындаушы ерітінді: қайнау аралығы 30 °С-тан 60 °С-қа дейін n-гексан немесе петролейлі эфир.

Шайғындау ерітіндісінің сапасын сынау үшін 7.4-тармағында белгіленгендей дайындалған 5.4-тармағы бойынша шайғындау құтысынан 100 см^3 дистиллдейді. Осы тәсілмен дайындалған бос шайғындау құтысын қолданады, салмақты 10.1-т бойынша тексереді. Ерітінді 1,0 мг артық емес тұнбаны құрауы керек.

Егер ерітінді берілген талаптарға сәйкеспесе, ауыстыру немесе дистиллдеу керек;

- *ГОСТ 12026* бойынша диаметрі 150 мм сүзетін қағаз.

Сүзетін қағаз сапасын сынау үшін 7.3-тармағында белгілендей 4.2-тармағы талаптарына сәйкесетін ерітіндіні қолданып, бақылау сынақтарын орындау керек. 7.4-тармағында белгілендей дайындалған 5.4-тармағы бойынша бос шайғындау құтысын пайдалану, 10.1-т бойынша салмақты тексеру керек. Қағаз 2,5 мг артық емес шөгінді қалдырмау керек.

Қағаздың берілген талаптарға сәйкеспегені жағдайда оны мынаған алмастыру рұқсат етіледі:

- көгілдір лакмус қағаз;
- диатомды топырақ 7.5.3-бойынша.
- 7.5.3-т бойынша тазартылған лактоза.
- 4.2-т бойынша 1,5 сағатта ерітіндімен шайғындап зарарсыздандырылған мақта.

5 Құралдар

ЕСКЕРТПЕ Анықтау жеңіл тұтанатын ерітінділерді қолдануды қамтитындықтан қолданылатын электр құралдары осы ерітінділерді қолданған жағдайда қауіптілікке қатысты нормалардың сақталуын талап ете алады.

Сынау кезінде мынадай зертханалық жабдық қолданылады:

а) аналитикалық таразылар *ГОСТ 24104*;

б) зертханалық үлгіні қойылту үшін блендер қажет жағдайда қолданылады. Мысалы, өнімдерді кесуге арналған пышақ немесе ыдысты, көлемі 1 дм^3, қақпағы бар, жылдамдығы жоғары блендер;

в) үздіксіз немесе жартылай үздіксіз шайғындау аппараты. Мысалы, сиымдылығы 150 см^3 шайғындау құтысынан тұратын Сокслет түрлі (жалпақ түпті, мойны қысқа), 40 см^3 -ден 60 см^3–ге дейін сифондаумен шайғындаушы

және кептіретін патронды немесе мақта тығындыға сәйкес әрекет етуші дефлегматор;

г) *ГОСТ 1770* бойынша сиымдылығы 150 см^3, жалпақ түпті, мойны қысқа шайғындау құтылары;

д) майсыздандырылған сүзетін қағаздан жасалған шайғындау оймақтары, шыны, алюминий тотығы немесе бақылау сынауы жағдайда елеулі тұнуды болдырмайтын немесе целлюлозадан дайындалған бір қабатты, ішкі диаметрі 22 мм және сыртқы ұзындығы 80 мм, 5.3-тармағы бойынша шайғындау құралдарымен қолдануға арналған ПТФЭ[1)];

е) мына температураларды ұстай алатын су моншасы:

1) 7.1.1-т бойынша 40 °С - 60 °С,

2) 7.1.2-т бойынша 30 °С - 40 °С;

ж) шайғындау құралдарына арналған қыздыру құралдары. Мысалы, су моншасы, құм моншасы немесе термостатикалық реттелетін қыздыратын плитка;

и) қайнатуға арналған көмекші құралдар, майы алынған, мысалы, шыны моншақтар немесе сынбайтын, кеуекті емес кәрленнен немесе кремний карбидінен жасалған бөлшектер;

к) сиымдылығы 250 см^3, дефлегматорға сәйкесетін, *ГОСТ 1770* бойынша Либих типі бойынша қалаулы, конус құты;

л) конденсаторлы конус құты. Мысалы, сымды тор және газды жанарғы, электр плита немесе құм моншасы;

м) жарғақ сүзгілі құйғы;

н) көлемі 100 см^3 және 250 см^3, *ГОСТ 1770* бойынша зертханалық құты;

п) дистиллятор;

р) кептіретін электр, желдету өтпесімен толық ашылатын, (102 ± 2) °С температураны жұмыс кеңістігі бойына сақтай алатын шкаф;

с) пеш термометрмен болуы керек;

т) сиымдылығы 50 см^3, 50 см^3, 100 см^3 және 250 см^3 *ГОСТ 1770* бойынша металл цилиндрлер;

у) құтылар мен зертханалық стакандарды ұстауға арналған металл қысқыштар;

х) жалпақ ұшты, сүзгі қағаз және оймақтарды ұстауға арналған қысқыштар.

[1)] политетрафторэтилен

6 Үлгілерді іріктеу

Сыналатын үлгіні зертханаға жіберу керек. Үлгі тасымалдау немесе сақтау кезінде бұзылмауы немесе өзгермеуі керек.

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

Барлық сұйық және тұтқыр үлгілер 2˚С–тан 4˚С–қа дейінгі температура жағдайында үлгі іріктеу сәтінен бастап сынаулар жүргізуді бастағанға дейін сақталуы керек. Қымталған сиымдылықтар немесе құтылар үшін оларды 20˚С артық емес температура жағдайында жабық күйде сақтау керек.

7 Сынаулар жүргізу

7.1 Үлгілерді дайындау

7.1.1 Сұйық заттар

Контейнерді сілкіп аудару керек. Контейнерді ашады, ішіндегіні екінші контейнерге ақырын құяды (ауа өткізбейтін қақпақпен жабдықталған) және үлгіге бірінші контейнер қабырғасы мен беттеріне жабысатын қандай да бір майлардың немесе өзге құрамдардың қосылмауын болдырмай қайта ауыстырумен араластырады. Егер заттар әлі де ингредиенттер түйіршіктері немесе бөлшектерінен тұрса, оларды 5.2-т бойынша сәйкес араластырғышпен ауыстырады. Қорытындыда затты мүмкіндігінше толығымен екінші контейнерге ауыстырады. Содан кейін осы контейнерді жабады.

Егер жабық контейнерді 5.6-тармағы бойынша 40 ˚С-тан до 60 ˚С су моншасында орнату қажет болса, контейнерді алып шығу және әр 15 минут сайын қатты сілку керек. 2 сағаттан кейін контейнерді алады, оны сыртынан сулықпен сүртеді және 18 ˚С-тан 23 ˚С-қа дейінгі температурасы жағдайда суытады. Қақпақты ашады және қасықпен немесе қалақпен сілкіп әбден құрамды араластырады (Егер майлылық бөлінсе, онда үлгіні сынамайды). Затты мүмкіндігінше толығымен екінші контейнерге салады. Содан кейін осы контейнерді жабады.

7.1.2 Тұтқыр заттар

Контейнерді ашады және қасықпен немесе қалақпен сілкіп құрамды араластырады. Егер мүмкін болса, жоғары қабаттар мен контейнердің төменгі бұрыштарындағы құрамдар мен қабаттар қозғалыспен араласуы үшін жоғары және төмен айналдыру қозғалыстарын пайдалануға болады. Үлгіге бірінші контейнер қабырғасы мен бетіне жабысатын қандай да бір майлардың немесе өзге құрамдардың үлгіге қосылуын қадағалаңыз. Егер затта түйіршіктер немесе қоспалар бөлшектері болса, оларды 5.2-т бойынша сәйкес араластырғышпен қоюландырады. Қорытындысында, затты мүмкіндігінше толығымен екінші контейнерге ауыстыру керек. Содан кейін осы контейнерді жабады.

Егер қажет болса, жабық контейнерді су моншасына 5.6-тармағы бойынша 30 ˚С-тан 40 ˚С –қа дейінгі температурасы жағдайда орнатады. Контейнерді алып шығады, сулықпен сыртынан сүртеді және оны ашады. Контейнердің барлық ішкі бөлігінен жабысқан құрамды қырып алып шығады, оны негізгі араласуды болдыру үшін тиісті үлгіде табақшаға салады, құрам біртекті болуы керек. Затты мүмкіндігінше толығымен екінші контейнерге салу керек. Содан кейін осы контейнерді жабады.

7.1.3 Кептірілген заттар

Бірнеше айналдырумен және контейнерді аударумен әбден араластырады. Егер қажет болса, зертханалық үлгіні орнатылған ауа өткізбейтін сәйкес сиымдылықты контейнерге осы процесті орындау үшін салады.

Егер зат әлі де ингредиенттердің барлық түйіршіктері немесе бөлшектерінен тұрса, онда оны 5.2-т бойынша сәйкес араластырғышпен қойылтады.

7.2 Үлгінің жұмысшы бөлігі

Сыналатын үлгіні 7.1-т бойынша араластырумен (тұтқыр және кептірілген заттар болған жағдайда) немесе контейнерді үш немесе төрт рет асықпай аударыстырумен (сұйық заттар жағдайында) қосу керек және бірден 5.9-т бойынша дәл немесе бөліп 1 мг дейінгі дәлдікпен құрғақ заттың 3,0-ден 3,5 г дейін сәйкесетін 3 г-нан 20 г үлгіні өлшеу керек. Үлгінің жұмысшы бөлігі 1,0 г майлылықтан артық емес болуы, қойылған талаптарға сәйкесуі керек, ол үлгінің ең кіші жұмысшы бөлігін алу үшін қажетті болуы мүмкін.

Үлгінің жұмысшы бөлігі толығымен мүмкіндігінше 5.9-т бойынша конус құтының төменгі бөлігіне жатқызылуы керек.

7.3 Бақылау сынаулары

Бақылау сынаулары сол процедуралар мен реактивтерді қолданып, бірақ 7.5.1-т және 10.2-т бойынша үлгінің жұмысшы бөлігіне араласқан 25 $см^3$ сумен ауыстырып орындалады.

7.4 Шайғындау құтысын дайындау

Бірнеше көмекші құралдардан тұратын, 5.8-т бойынша қайнатуға көмектесетін, шайғындау кезінде тұрақты қайнатуды және ерітіндіні кейіннен кетіруді ынталандыратын 5.4-т бойынша құтыны 5.14-т бойынша пеште кептіреді, оны 1 сағат бойына 102 ˚С температурасы жағдайда ұстайды.

Құты 18 ˚С-тан 23 ˚С-қа дейінгі температурасы жағдайда 30 минут (тозаңнан қорғалып) салқындауы керек.

Жеткіліксіз салқындауды немесе тым салқындауды болдырмау керек, құтыны кептіру шкафына салуға тиым салынады.

Әсіресе температуралық өзгерістерді болдырмау керек, 5.16-т бойынша қысқыштарды қолданып құтыны таразыға қояды және 0,1 мг дейінгі дәлдікпен өлшейді.

7.5 Анықтау

7.5.1 7.2-т бойынша үлгіге жалпы 25 $см^3$ көлемді алғанға дейін 30 °С температуралы су қосу және әбден араластыру (33 тұз қышқылының 4 моль/$дм^3$ ерітіндісін алу үшін) керек.

7.5.2 4.1-т бойынша тұз қышқылының 50 $см^3$ ерітіндісін жұмысшы үлгінің араласқан бөлігіне қосу кезінде конус құтының қабырғаларын шайып қосады және ақырын сілкіп араластырады. Құтыны дефлегматормен қосады, құтыны қайнау сәті басталғанға дейін қыздырады және айналдырып қозғаумен 30 минут қайнатады.

7.5.3 75 $см^3$ конденсатордың ішкі бетін 150 $см^3$ ыстық сумен (кем дегенде 80 °С) шаяды, конус құтыны конденсатордан алады және ішінен мойны мен қабырғасын шаю үшін ыстық суды құтыға қосады. 4.5-т бойынша 1 г диатом топырақты және шамамен 100 $см^2$ майсыздандырылған сүзгіш қағазды қосады, сүзу жылдамдығын арттырып бөліктерге жыртуға болады. Осы әдіс майсыздандырылған құрғақ заттың төмен болуы жағдайда әсіресе ұсынылады.

ЕСКЕРТПЕ Сүзу 7.5.1-т бойынша жұмысшы үлгінің араласқан бөлігіне 1 г таза лактоза (4.6-т қара) қосып жақсартыла алады.

7.5.4 Құты құрамын сұйықтықты шыны құтыға 4.3-т бойынша толығымен ыстық суға батырылған, 5.11-т бойынша құйғыны сүзгіге салып бүрмеленген сүзетін қағаз арқылы құяды. Құтыны ыстық сумен көмекші құралдармен сүзгі қағазының саны бойынша шыны құтылардан үш рет шаяды. Соңында сүзгі қағазды лакмус қағаз 4.4-т бойынша қышқылсыз болуды көрсеткенге дейін шайып үш рет ыстық сумен шаю керек. 400 $см^3$ артық су қолданбау керек. Сүзгі қағазды су ағындысына жөнелтеді.

7.5.5 Сүзгі қағазды 5.17-т бойынша қысқыш пайдаланып құйғыдан алып шығады және оны қағаздың сыртқы шеті жиектемеден төмен 20 мм қалатындай етіп шайғындау оймақтарына салады. Оймақты 5.12-т бойынша 100 $см^3$ зертханалық стаканға салады.

7.5.6 Стакан мен оның ішіндегісін және конус құтыны шыны штабикпен қыздырады, 5.14-т бойынша кептіру шкафына салады, 102 °С температурасы жағдайда 1 немесе 1,5 сағатқа қалдырады және кептіреді. Стакан мен шыны штабикті конус құтыны пештен алып шығып суытады.

Сүзетін қағаз әбден кептірілуі керек. Сүзетін қағаздың ылғалдығы және шайғындаудың үздіксіздігі жағдайда тамшылар шайғынға өтіп кетуі мүмкін, бұл күңгірт түс пен майлылықтың жоғары болуының себебі болуы мүмкін.

7.5.7 5.17-т бойынша қысқашпен оймақты ұстап оны 4.7-т бойынша майсыздандырылған мақта тығынымен ақырын жабады және содан кейін ылғалсорғышқа салады. 100 $см^3$ n-гексан немесе петролейлі эфирді өлшеу цилиндрінде өлшеп алады; ерітінді көлемін қысқыш ұшын, зертхана стаканының ішкі бетін және конус құты мен шыны штабикті шаюда 7.4-т бойынша шайғындау құтысында дайындалған шаю жүргізіп қолданады. Ерітінді қалдықтарын шайғындау құтысына құты мойнының ішкі жағын шаю үшін қосады.

7.5.8 Оймақты ұстай тұрып, шайғындаушымен шайғындау құтысын қосады, шайғындаушыны дефлегматормен қосады және құтыны оймақ және оның ішіндегі кем дегенде 1000 $см^3$ ерітіндімен (20 сифон) шайғындалатындай шамамен 4 сағатқа қыздырады.

7.5.9 Шайғындау аппаратынан шайғындау құтысын алады және құты мойнының ішкі беті мен конденсатор ұшын еріткіштің шағын санымен шаяды. Содан кейін ақырындап құтыдан сүзеді. Егер су моншасы қолданылса, онда кез келген су ізін кетіріп құтының сыртқы бетін сүртеді.

7.5.10 Шайғындау құтысын (түсіру үшін еріткіш буы өту үшін ол жағында орналасқан) 5.14-т бойынша кептіру шкафында қыздырады, 102 °С температурасы жағдайда 1 сағатқа қалдырады. Шайғындау құтысын пештен алады және бөлме температурасы (кемі 30 минут) жағдайда суытады (тозаңнан қорғап, кептіру пешінде емес) да 0,1 мг дейінгі дәлдікпен өлшейді. Кептіргенге дейін тікелей құтыны сүртуге болмайды. Құтыны қысқыштарды қолданып таразыға орналастырады (әсіресе температуралық ауысуларды болдырмай).

7.5.11 7.5.10-т бойынша операцияларды салмақтың 1,0 мг немесе одан кем төмендегенге дейін, немесе артқанға дейін екі келесі өлшеулер арасында қайталау керек. Ең кіші салмақты құты мен шайғындалған зат салмағы ретінде тіркеу керек.

8 Сынау нәтижелерін өңдеу

Пайызда салмақтық үлес ретінде өрнектелген майдың болуы w, 1-формула бойынша теңдеседі:

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

мұнда m_0 - 7.2-т бойынша үлгінің жұмысшы бөлігінің салмағы, г;

m_1 - 7.5.11-т бойынша белгіленген шайғындау құтысының және шайғындау затының салмағы, г;

m_2 - 7.4-т бойынша дайындалған құты салмағы, г;

m_3 - бақылау сынауында пайдаланылатын шайғындау құтысының (7.3-т қара) және 7.5.11-т белгіленген шайғындау затының салмағы, г;

m_4 - 7.3-т бойынша бақылау сынауында қолданылатын 7.4-т бойынша дайындалған құты салмағы, г.

Сынау нәтижесін 0,01 % дейінгі дәлдікпен дөңгелектейді.

9 Әдіс дәлдігі

9.1 Зертханааралық сынаулар

Қайталанғыштық пен тексеруге арналған мән 95 % ықтимал деңгейі жағдайда көрінеді 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 сынаулар нәтижелерінен шығарылады.

9.2 Қайталанғыштық

Бір әдісті пайдаланып ұқсас сынау материалында сол бір зертханада бір лаборантпен сол жабдықты пайдаланып қысқа уақыт ішінде алынған сынаудың екі тәуелсіз жеке нәтижелері арасында абсолют айырмашылық мына мәндер жағдайында 5 % артық емес болуы керек:

- майдың болуы 0,2 г болатын заттар үшін;
- 5 % (салмақтық үлес)-дан артық: 100 г өнімге;
- 5 % (салмақтық үлес) болатын 0,1 г немесе одан кем болатын өнімдер үшін: 100 г өнімге;
- сұйық өнімдер үшін: 100 г өнімде 0,2 г май болуы.

9.3 Өндірімділігі

Сол әдісті балама сынау материалында түрлі зертханада түрлі лаборанттармен түрлі жабдықтарды қолданып алынатын сынаудың екі тәуелсіз жеке нәтижелері арасында абсолют айырмашылық мына мәндер жағдайында 5 % артық болмауы керек:

- 5 % (салмақтық үлес) артық май болуымен 0,4 г май болуына ие заттар үшін: 100 г өнімге;
- 5 % (салмақтық үлес) немесе кем май болуымен 0,2 г болатын өнімдер үшін: 100 г өнімге;
- сұйық өнімдер үшін: 100г өнімге 0,1 г май болуы.

10 Процедураға ескертпелер

10.1 Еріткішті және сүзетін қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары

Осы бақылау сынақтарында салмақты бақылауға арналған ыдыс зертхананың атмосфералық жағдайында өзгерістерді немесе май жинайтын ыдыстың жылу әсерлерін тексеру үшін қолданылуы керек, олар реактив шайындысында бұзатын заттың болуын және болмауын көрсетуі керек. Ыдыс екі тостағанды таразылар жағдайында салмаққа қарсы ыдыс ретінде қолдануы керек. Өзге тәсілмен бақылайтын ыдыстың 1-формула бойынша қосылған салмақтан ауытқулары $[(m_3 - m_4)]$ бақылау сынауы үшін қолданылатын май жинайтын ыдыс салмағы ретінде негізделуі керек. Демек, бақылайтын ыдыстың бақылау салмағында көрінетін өзгерістер үшін түзетілген май жинайтын ыдыстың салмағына қосылған өзгерістер 0,5 мг аспауы керек.

Анда санда еріткіш майда қатты сақталатын ұшпа заттан тұруы мүмкін. Егер ол осындай заттың болу көрсеткіші болып табылса, 1 г жас сусыз сүт майынан май жинайтын ыдысты пайдаланып бақылау сынауын орындайды. Қажет жағдайда 100 см^3 еріткішке 1 г сусыз сүт майының қатысуымен еріткішті дистиллдейді. Еріткішті дистиллеуден кейін ұзақ сақтауға болмайды.

10.2 Бақылау сынақтары

Анықтаумен бірге орындалған бақылау сынаулары кезінде алынған мәндер реактивтер мен сүзгіш қағаздан шығарылған қосылған салмаққа мүмкіндік береді, тіпті зертхананың атмосфералық жағдайында кез келген өзгерістер жағдайында және май жинайтын ыдыс арасында температуралық айырмашылықпен және 7.4 пен 7.5.11 бойынша екі өлшеулерде өлшеуге арналған зертханаларда.

Қолайлы жағдайларда (еріткіште және сүзетін қағазда бақылау сынауы кезінде төмен мән, өлшеуге арналған зертхананың тұрақты температурасы, май жинайтын ыдыстың салқындату үшін жеткілікті уақыты), мән кемі 3 мг құрайтын болады. 5 мг-ға дейінгі аздап жоғарылатылған мәнге тап болуға болады. Осы мәндерді түзеткеннен кейін, нәтиже барынша әлі де дәл болады. 5 мг-дан артық мәнге түзету қолданылатын жағдайда, осы нәтиже сынау хаттамасында көрсетілуі керек (11-бөлімді қара).

Егер осы бақылау сынауында алынған мән жиі 3 мг асатын болса, онда еріткіш пен сүзетін қағаз жиі (егер бұл соңғы уақытта жасалса) тексерілуі және 4.2 пен 4.3-тармақтары бойынша ауыстырылып тазартылуы керек.

11 Сынау нәтижелерін рәсімдеу

Сынау хаттамасы мынадай ақпараттан тұруы керек:
- үлгіні сәйкестендіру үшін қажетті ақпарат;
- егер белгілі болса, үлгілерді іріктеу әдісі;
- сынау әдісі;
- сынау нәтижесіне әсер етуі мүмкін барлық операциялық сәттер;
- сынау нәтижелері;
- бақылау мәні, егер ол 5 мг-дан асса, $\left[(m_3 - m_4)1 \text{ формуласы бойынша}\right]$ құрайды.

ӘОЖ 637.1/.3:664:637.041:543.557:637.144:006.354(574) **МСЖ 67.100**

Түйінді сөздер: сүт, сүт өнімдері, балалар тағамы өнімдері, май болуын анықтау, гравиметриялық әдіс, Вейбулл-Бернтроп әдісі

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод) Часть 1 Продукты детского питания

СТ РК ИСО 8262-1-2009

ISO 8262-1:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 1. Infant foods (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 8262-1:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 1. Infant foods (ИСО 8262-1:2005 Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 1. Продукты детского питания), 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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод) Часть 1 Продукты детского питания

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания жира в продуктах детского питания, основанных на молоке, и других типах продуктов детского питания, содержащих более 5 % (массовой доли сухого вещества) крахмала или декстрина, или овощей, фруктов, мяса и т.д.

Настоящий метод также применяется для продуктов, содержащих свободные жирные кислоты в соответствующих количествах или твердые частицы, которые не могут раствориться полностью в аммиаке.

ПРИМЕЧАНИЕ Другие продукты детского питания на основе молока могут контролироваться методом с использованием принципа по Роше-Готлиду в соответствии с *СТ РК ИСО 8381*. Солодо-декстрины без высоко молекулярных декстринов, которые часто встречаются в продуктах детского питания, не нарушают экстракцию по Роше-Готлиду, даже когда выражаются высокими процентами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК ИСО 8381-2009 Продукты детского питания на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод).

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

***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 паром с раствором соляной кислоты и фильтруется через смоченную фильтровальную бумагу по *ГОСТ 12026* для удержания жирной субстанции, затем жир извлекается из высушенной фильтровальной бумаги, применяя n-гексан или петролейный эфир. Растворитель удаляется дистилляцией или выпариванием и вещества извлекаются и взвешиваются (настоящий метод известен как принцип Вейбулла-Бернтропа.)

4 Реактивы и материалы

Применяютя только реактивы, которые не оставляют заметные остатки, при выполнении измерений установленным методом. А также применяется дистиллированная или деионизированная вода, или вода с соответствующей степенью чистоты:

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

Разбавить 100 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/ см^3) с 100 см^3 воды и перемешать;

- экстракционный растворитель, не водосодержащий: n-гексан или петролейный эфир, имеющий интервал кипения от 30 ˚С до 60 ˚С.

Чтобы испытать качество экстракционного растворителя, дистиллировать 100 см^3 из экстракционной колбы по 5.4, подготовленной как установлено в 7.4. Применить пустую экстракционную колбу, приготовленную таким же способом, проверить массу по 10.1. Растворитель не должен оставлять осадок более чем 1,0 мг.

Необходимо заменить или дистиллировать растворитель, если он не соответствует данным требованиям;

- фильтровальные бумаги, диаметром 150 мм по *ГОСТ 12026*.

Чтобы испытать качество фильтровальной бумаги, необходимо выполнить контрольное испытание, как установлено в 7.3, применяя растворитель, соответствующий требованиям 4.2. Использовать пустую экстракционную колбу по 5.4, приготовленную как установлено в 7.4, проверить массу по 10.1. Бумага не должна оставлять осадок более 2,5 мг.

При несоответствии бумаги данным требованиям, допускается заменить ее на:

- голубую лакмусовую бумагу;
- диатомовую землю по 7.5.3.
- очищенную лактозу по 7.5.3.
- вату, обезжиренную экстракцией с растворителем по 4.2 1,5 часа.

5 Приборы

ПРИМЕЧАНИЕ Вследствие того, что определение включает применение легковоспламеняющих растворителей, применяемые электрические приборы могут требовать соблюдения норм относительно опасности при применении таких растворителей.

При испытании применяется следующее лабораторное оборудование:

а) аналитические весы *ГОСТ 24104*;

б) при необходимости применяют блендер, для гомогенизирования лабораторного образца. Например, нож для резки продуктов или

высокоскоростной блендер с сосудом, объемом 1 $дм^3$, со встроенной крышкой;

в) экстракционный аппарат, непрерывный или полунепрерывный. Например, типа Сокслета, состоящий из экстракционной колбы (плоскодонные, короткогорлые) емкостью 150 $см^3$, экстрактор с сифонированием от 40 $см^3$ до 60 $см^3$, и действенный дефлегматор, соответствующий осушительным патронам или ватной пробке;

г) экстракционные колбы ёмкостью 150 $см^3$, плоскодонные, короткогорлые по *ГОСТ 1770*;

д) экстракционные наперстки, сделанные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, окись алюминия или ПТФЭ[1)], не способствующие заметному осадку при контрольном испытании, или сдизготовленные из целлюлозы, однослойной, с внутренним диаметром 22 мм и наружней длиной 80 мм, для применения с экстракционными приборами по 5.3;

е) водяная баня, способная поддерживать следующие температуры:

1) от 40 °С до 60 °С по 7.1.1,

2) от 30 °С до 40 °С по 7.1.2;

ж) нагревающие приборы, для экстракционных приборов. Например, водяная баня, песчаная баня или термостатическая регулируемая нагревательная плитка;

и) вспомогательные средства для кипения, обезжиренные, например, стеклянные бусы или детали из небьющего, непористого фарфора или карбида кремния;

к) колба коническая ёмкостью 250 $см^3$, соответствующая дефлегматору, желательно по типу Либиха по *ГОСТ 1770*;

л) колба коническая с конденсатором. Например, проволочная сетка и газовая горелка, электрическая плита или песчаная ванна;

м) воронка с мембранным фильтром;

н) колба лабораторная объемом 100 $см^3$ и 250 $см^3$ по *ГОСТ 1770*;

п) дистиллятор;

р) шкаф сушильный электрический с полностью открываемым вентиляционным проходом, способный сохранять температуру (102 ± 2) °С на протяжении рабочего пространства;

с) печь должна быть с термометром;

т) цилиндры метрические ёмкостью 50 $см^3$, 50 $см^3$, 100 $см^3$ и 250 $см^3$ по *ГОСТ 1770*;

у) щипцы металлические для удержания колб и лабораторных стаканов;

х) пинцеты, с плоским наконечником, для удержания фильтровальной бумаги и наперстков.

[1)] политетрафторэтилен

6 Отбор образцов

Испытываемый образец следует направить в лабораторию. Образец не должен повреждаться или изменяться во время транспортировки или хранения.

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

Все жидкие и вязкие образцы должны храниться при температуре от 2˚С до 4˚С с момента отбора образца до начала проведения испытаний. В отношении герметизированных ёмкостей или колб, хранить их необходимо в закрытом состоянии при температуре не более 20 ˚С.

7 Проведение испытаний

7.1 Подготовка образцов

7.1.1 Жидкие вещества

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 по 5.2. В заключении, переместить вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

Если необходимо, установить закрытый контейнер в водяной бане по 5.6 при температуре от 40 ˚С до 60 ˚С. Вынуть и взболтать контейнер сильно каждые 15 минут. После 2 часов, снять контейнер, вытереть его салфеткой снаружи и остудить при температуре от 18 ˚С до 23 ˚С. Открыть крышку и основательно помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой. (Если жирность выделяется, то образец не испытывать.) Переместить вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

7.1.2 Вязкие вещества

Открыть контейнер и помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой. Если возможно, использовать вращательные движения вверх и вниз, чтобы верхние слои и составы в нижних углах контейнера могли движением смешиваться. Позаботьтесь 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 по 5.2. В заключении, переместить вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер

Если необходимо, установить закрытый контейнер в водяной бане по 5.6 при температуре от 30˚С до 40˚С. Вынуть контейнер, вытереть его салфеткой снаружи и открыть его. 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 вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

7.1.3 Высушенные вещества

Помешать основательно многочисленными вращениями и переворачиванием контейнера. Если необходимо, поместить лабораторный образец в установленный воздухонепроницаемый контейнер с соответствующей ёмкостью для разрешения выполнения данного процесса.

Если вещество содержит все еще комки или частицы ингредиента, то гомогенизировать его соответствующим смесителем по 5.2.

7.2 Рабочая часть образца

Необходимо смешать испытываемый образец по 7.1 помешиванием (в случае при вязких и высушенных веществах) или спокойным переворачиванием контейнера три или четыре раза (в случае при жидких веществах) и сразу взвесить в конической колбе по 5.9, точно или по разности, в точности до 1 мг, от 3 г до 20 г образца, соответствующего от 3,0 г до 3,5 г сухого вещества. Рабочая часть образца не должна содержать более чем 1,0 г жирности; должна соответствовать данным требованиям, она может быть необходимой для взятия маленькой рабочей части образца.

Рабочая часть образца должна переложиться полностью, как можно, на нижнюю часть конической колбы по 5.9.

7.3 Контрольное испытание

Контрольные испытания выполняются одновременно с определением, применяя те же процедуры и те же реактивы, но заменяя разбавленную 25 $см^3$ воды на рабочую часть образца по 7.5.1 и 10.2.

7.4 Приготовление экстракционной колбы

Высушить колбу по 5.4, содержащую несколько вспомогательных средств, способствующих кипению по 5.8, для стимулирования спокойного кипения во время экстракции и последующего удаления растворителя, в печи по 5.14 удерживать при температуре 102 ˚С около 1 часа.

Колба должна охладиться (защищая от пыли) 30 минут при температуре от 18 ˚С до 23 ˚С.

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

Избегать, в особенности, температурные изменения, применяя щипцы по 5.16, поместить колбу на весы и взвесить с точностью до 0,1 мг.

7.5 Определение

7.5.1 В образец по 7.2 необходимо добавить воду с температурой 30 °С до получения общего объема 25 $см^3$ (для получения 4 моль/$дм^3$ раствора соляной 33 кислоты) и взболтать основательно.

7.5.2 Добавить 50 $см^3$ раствора соляной кислоты по 4.1 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 $см^3$, 150 $см^3$ горячей водой (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 по 4.5 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 (см. 4.6) в разбавленную часть рабочего образца по 7.5.1.

7.5.4 Сразу профильтровать состав колбы, заливая жидкость в стеклянный штабик, через гофрированную фильтровальную бумагу по 4.3, полностью вымоченную в горячей воде, помещенную в фильтр воронку по 5.11. 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 по 4.4. Не применять более чем 400 $см^3$ воды. Отправить фильтровальную бумагу на водосток.

7.5.5 Вынуть фильтровальную бумагу из воронки, используя пинцет по 5.17, и вложить ее экстракционные наперстки так, чтобы верхний край бумаги составлял 20 мм ниже ободка. Поместить наперсток в 100 $см^3$ лабораторный стакан по 5.12.

7.5.6 Подогреть стакан и его содержимое, и коническую колбу со стеклянным штабиком, поместить в сушильный шкаф по 5.14, оставить при температуре 102 °С на 1 или 1,5 часа и сушить. Вынуть стакан и коническую колбу со стеклянным штабиком из печи и дать им остыть.

Фильтровальная бумага должна быть хорошо просушена. При влажности фильтровальной бумаги и непрерывного экстрактора, капли могут проникать в экстракт, следовательно, быть причиной темного цвета и высокого показателя содержания жирности.

7.5.7 Держа наперсток пинцетом по 5.17, осторожно заткнуть его обезжиренной ватной пробкой по 4.7 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 по 7.4. 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 ч 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, и 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 по 5.14, 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 испытаний

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 рабочего части образца по 7.2, г;

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

m_2 - масса приготовленной колбы по 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 по 7.4, применяемой в контрольном испытании по 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 5 % случаев в следующих значениях:

- для веществ, имеющих 0,2 г содержания жира;
- более чем 5 % (массовая доля): на 100 г продукции;
- для продуктов, имеющих 0,1 г содержания жира, 5 % (массовая доля) или меньше: на 100 г продукции;
- для жидких продуктов: 0,2 г содержания жира на 100 г продукции.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными с использованием такого же метода на идентичном испытательном материале в различных лабораториях разными лаборантами с применением различных оборудований, должна быть не более чем в 5 % случаев в следующих значениях:

- для веществ, имеющих 0,4 г содержания жира более чем 5 % (массовая доля): на 100 г продукции;

- для продуктов, имеющих 0,2 г содержания жира, 5 % (массовая доля) или меньше: на 100 г продукции;
- для жидких продуктов: 0,1 г содержания жира на 100 г продукции.

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. Хранить растворитель после дистилляции долго нельзя.

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 по 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 по 4.2 и 4.3.

11 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/.3:664:637.041:543.557:637.144:006.354(574) **МКС 67.100**

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, продукты детского питания, определение содержания жира, гравиметрический метод, метод Вейбулла-Бернтропа

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