МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33925— 2016

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Определение массовой доли жира методом Вейбулла—Бернтропа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» (ФГБНУ «ВНИМИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2016 г. № 90-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 ноября 2016 г. № 1778-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33925—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Определение массовой доли жира методом Вейбулла—Бернтропа

Infant foods. Determination of fat content by the Weibull—Berntrop method

Дата введения — 2017—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты детского питания на молочной основе и устанавливает определение массовой доли жира гравиметрическим методом Вейбулла—Бернтропа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты***

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

Издание официальное

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные. Настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением:

3.1 **гравиметрический метод:** Метод количественного химического анализа, основанный на точном измерении массы определяемого компонента пробы, выделенного либо в элементарном виде, либо в виде соединения определенного состава.

4 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании жира гексаном или петролейным эфиром после обработки пробы кипящим раствором соляной кислоты, выпаривании растворителя и взвешивании полученного остатка.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 мг, ± 0,02 мг.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 °С до 150 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

Испаритель ротационный с водяной баней, обеспечивающей поддержание температуры от 30 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Экстракционный аппарат непрерывного или полунепрерывного действия или установка для экстрагирования по типу Сокслета, состоящая из:

- колбы для экстрагирования П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- экстрактора — насадка НЭТ-150 ТС по ГОСТ 25336;
- переходника П1-1-45/40-19/26 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильника шарикового ХШ-1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная термостатируемая.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Цилиндры 1(3)-50-2, 1(3)-100-2, 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250-29/32, Кн-1-500-29/32 с притертыми пробками ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1-200-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Гильзы для экстрагирования, изготовленные из обезжиренной обеззоленной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия, политетрафлуороэтилена (PTFE) или целлюлозы с размером внутреннего диаметра 22 мм и длиной 80 мм.

Фильтры бумажные складчатые обезжиренные диаметром 15 см по ГОСТ 12026.

Вата хлопковая по ГОСТ 5556, обезжиренная в растворителе (7.2.2) в течение 1,5 ч и высушенная.

Материал, облегчающий кипение: стеклянные шарики, обезжиренный непористый фарфор или карбид кремния.

Палочки стеклянные оплавленные.

Пинцет.

Шпатель металлический.

Щипцы металлические.

Бумага лакмусовая голубая.

Гексан безводный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 20 %-ный раствор плотностью ρ_{20} = 1,10 г/см^3.

Эфир петролейный температурой кипения от 30 °С до 60 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26809.2, ISO 707 с дополнением.

В случае если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их рекомендуется хранить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка колбы для экстрагирования

Колбу для экстрагирования вместе с материалом, облегчающим кипение, высушивают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, охлаждают (не в эксикаторе) в течение 30 мин до температуры помещения, в котором будут проводить взвешивание.

Применяя щипцы, колбу помещают на весы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

7.2 Подготовка реактивов

7.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 20 %

100 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/см^3) смешивают со 100 см^3 дистиллированной воды. Плотность полученного раствора составляет ρ_{20} = 1,10 г/см^3.

Срок хранения раствора при комнатной температуре в плотно укупоренной посуде — не более 1 мес.

7.2.2 Подготовка растворов для экстрагирования

Для проверки качества гексана и петролейного эфира в колбу для экстрагирования, подготовленную по 7.1, помещают 100 см^3 растворителя. Если после отгонки растворителя в колбе остается осадок массой не более 1,0 мг, раствор для экстрагирования считают пригодным для работы.

7.3 Подготовка фильтровальной бумаги

Для контроля качества фильтровальной бумаги проводят контрольную пробу по 9.13, используя пустую колбу для экстрагирования (7.1). После проведения экстрагирования в колбе должен остаться осадок массой не более 2,5 мг.

8 Условия проведения измерений

При выполнении анализа в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха……..(20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха……...(55 ± 25) %;

атмосферное давление……..……(96 ± 10) кПа;

частота переменного тока……...……(50 ± 5) Гц;

напряжение в сети……....(220 ± 10) В.

9 Проведение измерений

9.1 Пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14).

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают от 3 г до 20 г анализируемой пробы, взвешенной с точностью до 0,001 г. Массу пробы продукта выбирают таким образом, чтобы во взвешенной анализируемой пробе содержание сухих веществ составляло от 3,0 г до 3,5 г, а содержание жира — не более 1,0 г; для выполнения данного условия масса пробы продукта может быть уменьшена.

Взвешенную анализируемую пробу продукта помещают в колбу таким образом, чтобы горлышко колбы оставалось чистым.

9.2 Добавляют дистиллированную воду температурой (30 ± 2) °С в таком количестве, чтобы общий объем раствора составлял не более 25 см^3, и аккуратно перемешивают.

9.3 Добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты массовой долей 20 % (7.2.1), омывая стенки конической колбы. Содержимое колбы аккуратно перемешивают вращательными движениями. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают до тех пор, пока содержимое колбы не начнет кипеть. Образец кипятят в течение (30 ± 1) мин, время от времени аккуратно помешивая вращательными движениями.

9.4 150 см^3 дистиллированной воды нагревают до температуры (80 ± 2) °С. Используя 75 см^3 горячей дистиллированной воды, ополаскивают внутреннюю поверхность холодильника и отсоединяют его от колбы. Оставшиеся 75 см^3 горячей дистиллированной воды добавляют в колбу, омывая внутреннюю поверхность горлышка и стенки колбы.

9.5 Содержимое колбы немедленно фильтруют через складчатый бумажный фильтр, помещенный на воронку и полностью смоченный дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С, направляя струю по стеклянной палочке.

Колбу трижды ополаскивают горячей дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С, выливая смывы по стеклянной палочке на фильтр. В конце фильтр промывают не менее трех раз горячей дистиллированной водой температурой (80 ± 2) °С до тех пор, пока смывной раствор не будет содержать соляной кислоты, что определяют с помощью лакмусовой бумажки. Всего используют не более 400 см^3 дистиллированной воды. Фильтр высушивают, не снимая с воронки, оставив при комнатной температуре.

9.6 С помощью пинцета фильтр снимают с воронки и помещают в экстракционную гильзу таким образом, чтобы верхний край фильтра находился на 20 мм ниже края гильзы. Гильзу помещают в стакан вместимостью 100 см^3.

9.7 Стакан с гильзой и коническую колбу со стеклянной палочкой нагревают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение (1 — 1,5) ч и охлаждают.

9.8 Удерживая гильзу пинцетом, свободно оборачивают ее обезжиренной ватой и помещают в экстрактор. Мерным цилиндром отмеривают 100 см^3 гексана или петролейного эфира. Частью растворителя омывают кончики пинцета, внутреннюю поверхность стакана и коническую колбу со стеклянной палочкой, собирая смывы в подготовленную по 7.1 колбу для экстрагирования. Остаток раствора добавляют в колбу для экстрагирования, ополаскивая внутреннюю поверхность горловины колбы.

9.9 Колбу для экстрагирования соединяют с экстрактором, содержащим гильзу. К экстрактору подсоединяют холодильник (через переходник).

Колбу для экстрагирования нагревают до температуры кипения растворителя и кипятят при слабом кипении приблизительно 4 ч. При этом гильза и ее содержимое омываются растворителем не менее 20 раз.

9.10 Колбу для экстрагирования отсоединяют от экстрактора, ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы и кончик холодильника небольшим количеством растворителя. Осторожно отгоняют весь растворитель из колбы для экстрагирования. При использовании водяной бани аккуратно вытирают внешнюю поверхность колбы.

9.11 Колбу для экстрагирования (положив ее на бок для лучшего испарения растворителя) помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение (60 ± 5) мин, охлаждают не в эксикаторе, но не допуская попадания влаги, до температуры помещения, в котором будет проводиться взвешивание, и взвешивают с точностью до 0,001 г. Не допускается вытирать колбу непосредственно перед взвешиванием. На весы колбу помещают с помощью щипцов.

9.12 Высушивание колбы по 9.11 повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,001 г или при одном из взвешиваний после высушивания наблюдается увеличение массы. В качестве массы колбы и экстрагируемого вещества принимают минимальное значение массы.

9.13 Контрольная проба

Параллельно проводят контрольный опыт, используя вместо анализируемой пробы 25 см^3 дистиллированной воды.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую долю жира в анализируемой пробе продукта X, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса колбы для экстрагирования с выделенным жиром после высушивания, г;

m_2 — масса пустой колбы для экстрагирования, г;

m_3 — масса колбы для экстрагирования с экстрагируемым веществом, полученным при проведении холостой пробы, г;

m_4 — масса пустой колбы для экстрагирования, подготовленной для проведения холостой пробы, г;

m_0 — масса анализируемой пробы продукта по 9.1, г;

100 — множитель перевода в проценты.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли жира при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %	Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$, %
От 0,1 до 5,0 включ.	0,05	0,15	0,10
Св. 5,0 до 20,0 включ.	0,10	0,17	0,12
Более 20,0	0,15	0,35	0,25

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли жира в анализируемом продукте, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли жира в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли жира в анализируемом продукте, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \quad (3)$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух определений массовой доли жира в анализируемом продукте, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

12 Оформление результатов измерения

Результат определения массовой доли жира в анализируемом продукте представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X = X_{ср} \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, удовлетворяющих условию приемлемости по 11.1, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, % (таблица 1).

13 Требования безопасности

13.1 При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

13.2 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование и освоивший метод в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

УДК 637.147.2:543.06:006.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: продукты детского питания на молочной основе, гравиметрический метод Вейбулл—Бернтропа, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, проведение измерений, обработка результатов измерений, контроль точности результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

Редактор *Н.Р. Лемех*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.С. Тыртышного*

Сдано в набор 05.12.2016. Подписано в печать 19.12.2016. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 33 экз. Зак. 3215.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru