МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33628— 2015

СЛИВКИ — СЫРЬЕ

Методы определения фальсификации

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ «ВНИИМС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 декабря 2015 г. № 2111-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33628—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 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

© 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

СЛИВКИ — СЫРЬЕ

Методы определения фальсификации

Cream—raw material.
Methods of adulteration determination

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сливки — сырье (сырые и пастеризованные) (далее — сливки) и устанавливает методы определения фальсификации их водой, нейтрализующими веществами (содой, аммиаком), перекисью водорода, растительными жирами, подсырной молочной сывороткой или деминерализованной подсырной молочной сывороткой.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79[1)] Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3624—92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ 3625—84 Молоко и молочные продукты. Методы определения плотности

ГОСТ 3626—73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5867—90 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7699—78 Крахмал картофельный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 23327—84 Молоко и молочные продукты. Метод определения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

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

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 31979—2012 Молоко и молочные продукты. Метод обнаружения растительных жиров в жировой фазе газожидкостной хроматографией стеринов

ГОСТ 32892—2014 Молоко и молочная продукция. Метод измерения активной кислотности

ГОСТ 33490—2015 Молоко и молочная продукция. Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

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 применены термины, в соответствии с [1] и [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **сливки — сырье:** Сырые или пастеризованные сливки массовой долей жира от 10 % до 60 % включительно, полученные из коровьего молока и используемые для изготовления молочной и другой пищевой продукции.

3.2 **молочная плазма сливок:** Фракция сливок, полученная отделением жира из сливок механическим путем.

4 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 13928 (для сырых сливок) и ГОСТ 26809.1 (для пастеризованных сливок).

5 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % ..... от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) ..... от 84 до 106 (от 630 до 795).

6 Методы определения фальсификации сливок

6.1 Метод определения фальсификации сливок водой, основанный на определении массовой доли влаги в сливках

Метод применяют для определения фальсификации сливок массовой долей жира от 25,0 % до 60,0 %.

6.1.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в сравнении измеренной массовой доли влаги в анализируемых сливках с теоретически рассчитанным максимальным значением массовой доли влаги в сливках массовой долей жира, соответствующей анализируемым.

6.1.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли жира в сливках кислотным методом по ГОСТ 5867 (подраздел 2.1).

Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли влаги в сливках по ГОСТ 3626 (подраздел 3.1).

Термометры жидкостные стеклянные (не ртутные) по ГОСТ 28498, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С или 1,0 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 50 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Стаканы В—1(2)—100(150) ТС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения.

6.1.3 Проведение испытаний

6.1.3.1 Определение массовой доли жира в анализируемых сливках X_2, % проводят по ГОСТ 5867 (пункт 2.2.2 и подраздел 2.3).

6.1.3.2 Определение массовой доли влаги в анализируемых сливках X_3, % проводят по ГОСТ 3626 применительно к молоку (разделы 2 или 3) или применительно к сливочному маслу без наполнителей (раздел 6а, за исключением пункта 6а.2.2) со следующим дополнением.

Пробу сливок объемом 20—30 см^3 перед испытанием нагревают до температуры (20 ± 2) °С и перемешивают вручную до гомогенного состояния.

6.1.3.3 Расчет теоретического максимального значения массовой доли влаги в нефальсифицированных водой сливках X_1, %, массовой долей жира, равной массовой доле жира анализируемых сливок, проводят по формуле

$$X_1 = 91{,}6700 - 0{,}9167 \cdot X_2, \qquad (1)$$

где X_2 — массовая доля жира в анализируемых сливках, измеренная по 6.1.3.1, %;

91,6700 и 0,9167 — эмпирические коэффициенты, устанавливающие взаимосвязь между массовой долей жира и массовой долей влаги в нефальсифицированных водой сливках.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением окончательного результата до первого десятичного знака.

Расчетные значения теоретически максимальной массовой доли влаги в нефальсифицированных водой сливках в зависимости от массовой доли жира в них могут быть определены по таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля жира в нефальсифицированных сливках, %	Расчетное значение массовой доли влаги в нефальсифицированных водой сливках, %	Массовая доля жира в нефальсифицированных сливках, %	Расчетное значение массовой доли влаги в нефальсифицированных водой сливках, %
25	68,8	43	52,3
26	67,8	44	51,3
27	66,9	45	50,4
28	66,0	46	49,5
29	65,1	47	48,6
30	64,2	48	47,7
31	63,3	49	46,8
32	62,3	50	45,8
33	61,4	51	44,9
34	60,5	52	44,0
35	59,6	53	43,1
36	58,7	54	42,2
37	57,8	55	41,3
38	56,8	56	40,3
39	55,9	57	39,4
40	55,0	58	38,5
41	54,1	59	37,6
42	53,2	60	36,7

6.1.4 Обработка результатов

Фальсификацию сливок водой устанавливают по результатам сравнения определенной по 6.1.3.2 массовой доли влаги в анализируемых сливках X_3 и расчетной максимальной массовой доли влаги X_1 в нефальсифицированных водой сливках массовой долей жира X_2, равной массовой доле жира в анализируемых сливках и рассчитанной по формуле (1) или определенной по таблице 1. Для этого вычисляют разницу показателей массовой доли влаги X_3 и X_1.

Если установлено, что измеренная массовая доля влаги в анализируемых сливках X_3 больше расчетной теоретической максимальной массовой доли влаги X_1, т. е. выполняется условие

$$X_3 - X_1 > 0, \quad (2)$$

то это свидетельствует о фальсификации сливок водой.

6.2 Метод определения фальсификации сливок водой, основанный на определении массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) в молочной плазме сливок

Метод применяют для определения фальсификации сливок массовой долей жира от 10,0 % до 45,0 %.

6.2.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в сравнении массовой доли СОМО в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок, рассчитанной по измеренной в ней массовой доле жира и плотности, с теоретически рассчитанной массовой долей СОМО в обезжиренной молочной плазме нефальсифицированных водой сливок.

6.2.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли жира в молочной плазме сливок кислотным методом по ГОСТ 5867 (подраздел 2.1).

Аппаратура, материалы и реактивы для определения плотности в плазме сливок по ГОСТ 3625 (раздел 2).

Термометры жидкостные стеклянные (не ртутные) по ГОСТ 28498, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С или 1,0 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 50 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Стаканы В—1(2)—1000 (500) ТС по ГОСТ 25336.

Сепаратор лабораторный для сепарирования сливок по нормативным или техническим документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.2.3 Подготовка к проведению испытаний

6.2.3.1 Для проведения испытаний отбирают пробу сливок объемом 600—800 $см^3$.

6.2.3.2 Отобранную пробу сливок подогревают до температуры от 40 °С до 50 °С и подвергают сепарированию с таким расчетом, чтобы в выделенной из сливок молочной плазме массовая доля жира не превышала 5,0 %.

6.2.4 Проведение испытаний

6.2.4.1 Массовую долю жира в полученной по 6.2.3.2 молочной плазме сливок, выделенной из анализируемых сливок X_6, %, определяют по ГОСТ 5867 (подпункт 2.2.2).

6.2.4.2 Плотность полученной по 6.2.3.2 молочной плазмы сливок, выделенной из анализируемых сливок X_5, $г/см^3$, измеряют ареометрическим методом в соответствии с ГОСТ 3625.

6.2.4.3 Расчет массовой доли СОМО в полученной по 6.2.3.2 молочной плазме, выделенной из анализируемых сливок X_4, %, на основе ее плотности и показателя массовой доли жира в ней проводят по формуле

$$X_4 = \frac{1000 \cdot X_5 + 0,9 \cdot X_6 - 998}{4}, \quad (3)$$

где X_5 — плотность молочной плазмы сливок, измеренная по 6.2.4.2, $г/см^3$;

X_6 — массовая доля жира в молочной плазме сливок, измеренная по 6.2.4.1, %;

0,9 и 4 — эмпирические коэффициенты, устанавливающие взаимосвязь между массовой долей жира и плотностью плазмы сливок, нефальсифицированных водой $кг/м^3 \cdot \%$;.

998 — плотность воды при температуре 20 °С, $кг/м^3$;

1000 — коэффициент пересчета $г/см^3$ в $кг/м^3$.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

6.2.4.4 Расчет массовой доли СОМО в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_7, %, проводят по формуле

$$X_7 = \frac{X_4 \cdot 100}{100 - X_6}, \quad (4)$$

где X_4 — массовая доля СОМО, в плазме сливок, рассчитанная по 6.2.4.3, %;

X_6 — массовая доля жира в плазме сливок, измеренная по 6.2.4.1, %.

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

6.2.5 Обработка результатов

Фальсификацию сливок водой устанавливают по результатам сравнения рассчитанной по 6.2.4.4 массовой доле СОМО в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_7 и теоретического минимального значения массовой доли СОМО в обезжиренной молочной плазме нефальсифицированных водой сливок, равного 8,33 %, устанавливающего взаимосвязь между массовой долей жира и массовой долей СОМО в сливках, нефальсифицированных водой, полученных из нефальсифицированного водой молока, принимаемого на переработку при минимальных нормируемых значениях массовых долей жира, СОМО и плотности.

Если установлено, что измеренная массовая доля СОМО в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_7 меньше теоретического минимального значения массовой доли СОМО в обезжиренной плазме нефальсифицированных водой сливок, т. е. выполняется условие $X_7 < 8{,}33$ %, то это свидетельствует о фальсификации сливок водой.

6.3 Метод определения фальсификации сливок нейтрализующими веществами (сода, аммиак)

Метод применяют для определения фальсификации сливок массовой долей жира от 20,0 % до 45,0 % в диапазоне титруемой кислотности от 11 °Т до 19 °Т.

6.3.1 Сущность метода

Метод основан на изменении зависимости активной кислотности сливок, массовой доли жира, титруемой кислотности при добавлении к ним нейтрализующих веществ (соды, аммиака).

6.3.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

6.3.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли жира в сливках кислотным методом по ГОСТ 5867 (подраздел 2.1).

6.3.2.2 Аппаратура, материалы и реактивы для определения титруемой кислотности сливок по ГОСТ 3624 (подраздел 2.1).

6.3.2.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование посуда и реактивы для определения активной кислотности сливок по ГОСТ 32892 (раздел 5).

6.3.3 Проведение испытаний

6.3.3.1 Определение массовой доли жира в сливках проводят по ГОСТ 5867 (пункт 2.2.2).

6.3.3.2 Определение титруемой кислотности сливок проводят по ГОСТ 3624 (раздел 3).

6.3.3.3 Измерение активной кислотности сливок проводят по ГОСТ 32892 (подраздел 9.1).

6.3.3.4 В нефальсифицированных сливках зависимость между массовой долей жира X_2, титруемой кислотностью X_8 и расчетным значением активной кислотности сливок X_9, ед. pH, выражается эмпирической формулой

$$X_9 = 7{,}62 - 0{,}06X_8 - 0{,}0033X_2, \quad (5)$$

где X_8 — титруемая кислотность нефальсифицированных сливок, определенная по 6.3.3.2, °Т;

X_2 — массовая доля жира нефальсифицированных сливок, определенная по 6.3.3.1, %;

7,62, 0,06 и 0,0033 — эмпирические коэффициенты, устанавливающие взаимосвязь активной и титруемой кислотности и массовой доли жира в нефальсифицированных сливках.

Вычисление расчетного значения активной кислотности сливок проводят с точностью до третьего десятичного знака после запятой. Результат округляют до второго десятичного знака после запятой.

6.3.4 Обработка результатов

6.3.4.1 При добавлении к сливкам нейтрализующих веществ зависимость между приведенными показателями изменяется из-за увеличения буферной емкости сливок таким образом, что измеренное по 6.3.3.3 значение активной кислотности X_{10} фальсифицированных сливок будет выше, чем рассчитанное по 6.3.3.4 значение активной кислотности X_9 нефальсифицированных сливок.

6.3.4.2 Для установления фальсификации сливок нейтрализующими веществами проводят вычисление разности X_{10} и X_9.

Если выполняется условие

$$X_{10} - X_9 > 0{,}08, \quad (6)$$

то это свидетельствует о фальсификации сливок нейтрализующими веществами.

6.4 Метод определения фальсификации сырых сливок перекисью водорода с применением индикаторных тест-полосок

Метод применяют для определения фальсификации сырых сливок массовой долей жира от 10,0 % до 45,0 %.

Предел обнаружения массовой доли перекиси водорода в сырых сливках составляет 0,002 %.

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на определении перекиси водорода в сырых сливках с помощью индикаторной тест-полоски.

6.4.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Термометры жидкостные стеклянные (не ртутные) по ГОСТ 28498, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С или 1,0 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 30 °С до 50 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Пипетки 1(2, 4)—2—1(10, 20) по ГОСТ 29228.

Стаканы Н—1(2)—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Индикаторные полоски для определения перекиси водорода, обеспечивающие необходимый предел обнаружения массовой доли перекиси водорода в сливках.

6.4.3 Проведение испытаний

В стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают 10—15 $см^3$ сырых сливок, подогретых до температуры (20 ± 2) °С, и погружают в них индикаторную тест-полоску.

Через 5 с индикаторную тест-полоску извлекают из сырых сливок и фильтровальной бумагой удаляют избыток продукта с поверхности полоски.

Индикаторную тест-полоску выдерживают в течение 3 мин на воздухе для обсушивания.

Проводят два параллельных определения.

6.4.4 Обработка результатов

Появление в середине индикаторной тест-полоски зоны серо-голубого, голубого или синего окрашивания указывает на наличие перекиси в сырых сливках, чем интенсивнее окраска, тем больше массовая доля перекиси в них.

При получении неудовлетворительных результатов испытаний (получение окрашенной и неокрашенной тест-полоски при параллельном определении) проводят повторные испытания.

6.5 Метод определения фальсификации сырых сливок перекисью водорода с применением индикатора крахмального раствора йодистого калия

Метод применяют для определения фальсификации сырых сливок массовой долей жира от 10,0 % до 45,0 %.

Предел обнаружения массовой доли перекиси водорода в сырых сливках при ее наличии составляет: 0,005 % по истечении 1 ч; 0,02 % по истечении 2 ч; 0,03 % по истечении 4 ч.

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии перекиси водорода и йодистого калия с выделением свободного йода, дающего с крахмалом синее окрашивание.

6.5.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,3 г.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 30 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Пипетки 1(2)—1(2)—1(5) по ГОСТ 29228.

Стаканы Н-1(2)—100(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1—100(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—100(500)—2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1—16—150 ХС ГОСТ 25336

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал картофельный по ГОСТ 7699.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

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

6.5.3 Подготовка к проведению испытаний

6.5.3.1 Приготовление раствора серной кислоты

Цилиндром отмеривают одну объемную часть серной кислоты и смешивают ее в стакане с тремя объемными частями дистиллированной воды.

6.5.3.2 Приготовление крахмального раствора йодистого калия

Взвешивают 3 г крахмала и смешивают с 20 $см^3$ дистиллированной холодной воды до получения однородной массы. Отдельно в стакане доводят до кипения 80 $см^3$ дистиллированной воды и при непрерывном помешивании приливают воду к разведенному крахмалу, не допуская образования комочков. Полученный раствор доводят до кипения. После охлаждения до комнатной температуры к раствору крахмала прибавляют 3 г йодистого калия, перемешивая до растворения его кристаллов.

Крахмальный раствор йодистого калия является нестойким реактивом, поэтому готовят его в небольшом количестве и хранят в холодильнике не более 5 сут.

6.5.3.3 Проверка пригодности крахмального раствора йодистого калия

Для этого сырые сливки кипятят, охлаждают до комнатной температуры и проводят испытание по 6.5.4. При кипячении сливок происходит разложение перекиси водорода, что препятствует образованию свободного йода, поэтому окрашивания кипяченых сливок не происходит. Появление темно-синей или серовато-синей окраски в кипяченых сливках указывает на непригодность реактива.

6.5.4 Проведение испытаний

Проводят два параллельных определения.

В пробирки, помещенные в штатив, вносят по 1 $см^3$ анализируемых сырых сливок, подогретых до температуры (20 ± 2) °С, и, не перемешивая, прибавляют 2 капли раствора серной кислоты и 0,2 $см^3$ крахмального раствора йодистого калия.

Через 10 мин наблюдают за изменением окраски раствора в пробирках.

6.5.5 Обработка результатов

Появление отдельных пятен синего цвета в анализируемых сырых сливках указывает на присутствие перекиси водорода в них.

6.6 Метод определения фальсификации сливок растительными жирами

Метод применяют для определения фальсификации сливок массовой долей жира от 10,0 % до 60,0 %.

Фальсификацию жировой фазы сливок жирами немолочного происхождения устанавливают по ГОСТ 31979 и ГОСТ 33490 со следующим дополнением.

При подготовке пробы к испытаниям для полноты выделения жира сливки перед центрифугированием замораживают при температуре не выше минус 5 °С в течение 24 ч.

6.7 Метод определения фальсификации сливок подсырной молочной сывороткой или деминерализованной подсырной молочной сывороткой

Метод применяют для определения фальсификации сливок массовой долей жира от 25,0 % до 60,0 %.

6.7.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в сравнении значения массовой доли белка в СОМО молочной плазмы анализируемых сливок с теоретически рассчитанным минимальным значением массовой доли белка в СОМО молочной плазмы сливок массовой долей жира, соответствующей анализируемым.

6.7.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли жира в сливках и молочной плазме сливок кислотным методом — по ГОСТ 5867 (подраздел 2.1).

Аппаратура, материалы и реактивы для определения массовой доли белка в молочной плазме сливок — по ГОСТ 23327.

Термометры жидкостные стеклянные (не ртутные) по ГОСТ 28498, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С или 1,0 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 50 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (50 ± 5) °С.

Морозильная камера, обеспечивающая поддержание температуры не выше минус 10 °С.

Центрифуга со скоростью вращения не менее 5000 об/мин.

Стаканы В—1(2)—1000(500) ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы для центрифугирования объемом не менее 100 см^3.

Воронки В-56—80, В-75—110 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2, 4)—2—1(10, 20, 25, 50) по ГОСТ 29228.

Стакан В—2—100 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн—2—100 (150) по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.7.3 Подготовка к проведению испытаний

6.7.3.1 Для проведения испытаний отбирают пробу сливок для анализа объемом 100—150 см^3.

6.7.3.2 Анализируемые сливки помещают в центрифужный стакан и замораживают при температуре не выше минус 10 °С в течение 24 ч.

Центрифужный стакан с замороженными сливками помещают в водяную баню или сушильный шкаф при температуре (50 ± 5) °С и выдерживают до полного расплавления и выделения на поверхности пробы свободного жира.

Центрифужный стакан с расплавленной пробой помещают в центрифугу и центрифугируют со скоростью вращения 5000 об/мин в течение не менее 15 мин для улучшения выделения свободного жира из молочной плазмы сливок.

После центрифугирования отбирают молочную плазму сливок. Для этого пипетку объемом от 10 до 50 см^3, при закрытом верхнем отверстии, осторожно под прямым углом опускают в стакан с разделенными на жир и молочную плазму сливками, прокалывают застывший жир, так чтобы сливной кончик пипетки касался дна. Отбирают не менее 40 см^3 молочной плазмы сливок, не допуская попадания в пипетку жира. Попавший на поверхность пипетки жир удаляют фильтровальной бумагой.

Молочную плазму сливок сразу фильтруют через бумажный фильтр в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см^3 для удаления мелких частиц затвердевшего жира. Из профильтрованной молочной плазмы сливок отбирают пробу для определения массовой доли белка и жира.

6.7.4 Проведение испытаний

6.7.4.1 Измерение массовой доли жира в молочной плазме анализируемых сливок X_{13}, % проводят по ГОСТ 5867 (пункт 2.2.2 и подраздел 2.3).

6.7.4.2 Измерение массовой доли белка в молочной плазме анализируемых сливок X_{12}, % проводят по ГОСТ 23327 (применительно к молоку).

6.7.4.3 Расчет массовой доли белка в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_{11}, %, проводят по формуле

$$X_{11} = \frac{X_{12} \cdot 100}{100 - X_{13}}, \quad (7)$$

где X_{12} — массовая доля белка в молочной плазме сливок, выделенной по 6.7.3.2, определенная по 6.7.4.2, %;

X_{13} — массовая доля жира в молочной плазме сливок, выделенной по 6.7.3.2, измеренная по 6.7.4.1, %.

Вычисление проводят с точностью до третьего десятичного знака после запятой. Результат округляют до второго десятичного знака после запятой.

6.7.5 Обработка результатов

Фальсификацию сливок подсырной молочной или деминерализованной подсырной молочной сывороткой устанавливают по результатам сравнения рассчитанной по 6.7.4.3 массовой доли белка в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_{11} и теоретической минимальной массовой доли белка в СОМО обезжиренной молочной плазмы сливок, нефальсифицированных подсырной молочной или деминерализованной подсырной молочной сывороткой сливках, равной 2,84 % и рассчитанной с учетом теоретического минимального значения массовой доли СОМО и белка в обезжиренной молочной плазме нефальсифицированных сливок.

Если установлено, что массовая доля белка в обезжиренной молочной плазме анализируемых сливок X_{12} меньше теоретического минимального значения массовой доли белка в обезжиренной плазме нефальсифицированных сливок, т. е. выполняется условие $X_{12} < 2{,}84$, то это свидетельствует о фальсификации сливок подсырной молочной или деминерализованной подсырной молочной сывороткой.

7 Требования безопасности

7.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками — ГОСТ 12.1.019.

Помещение, в котором проводятся работы, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Работы с растворителями, кислотами необходимо проводить в вытяжном шкафу. Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

7.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе на приборах и инструктаж по технике безопасности.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции», принятый Решением Совета Евразийской Экономической комиссии от 9 октября 2013 г. № 67

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции», утвержденный Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880

УДК 637.3.07(08):006.354 МКС 67.100.99

Ключевые слова: сливки — сырье (сырые и пастеризованные); отбор проб; температура продукта; фальсификация сливок: водой, нейтрализующими веществами (сода, аммиак), перекисью водорода, растительными жирами, подсырной молочной сывороткой и деминерализованной подсырной молочной сывороткой; массовая доля влаги; массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка; массовая доля жира; массовая доля белка; плотность; титруемая кислотность; активная кислотность; обработка результатов; требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*

Корректор *П.М. Смирнов*

Компьютерная верстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 18.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 50 экз. Зак. 200.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru