МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO/TS 22113/ IDF/RM 204— 2014

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение титруемой кислотности молочного жира

(ISO/TS 22113/IDF/RM 204:2012, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2014 г. № 70-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2014 г. № 1479-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO/TS 22113/IDF/RM 204—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 22113/IDF/RM 204:2012 Milk and milk products — Determination of the titratable acidity of milk fat (Молоко и молочные продукты. Определение титруемой кислотности молочного жира)

Международный документ разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF)

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных (государственных) органах по стандартизации указанных выше государств.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 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, 2015

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Принцип . . . 1
3 Реактивы . . . 1
4 Аппаратура . . . 2
5 Отбор проб . . . 3
6 Подготовка образцов для испытаний . . . 3
7 Проведение испытаний . . . 4
8 Расчет и обработка результатов . . . 5
9 Проверка точности . . . 5
10 Отчет об испытании . . . 5
Приложение A (справочное) Образцы пробирок для выделения жира . . . 6
Приложение B (справочное) Типичная титровальная установка для последовательного титрования нескольких образцов в одном объеме растворителя жира . . . 7
Приложение C (справочное) Руководство по подготовке и реализации контрольных образцов жира для последующего титрования . . . 8
Приложение D (справочное) Межлабораторные испытания . . . 10
Библиография . . . 11

Введение

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов — членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет — член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, взаимодействующие с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов — подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения по меньшей мере 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Если требуется срочная разработка требований для таких документов, технический комитет может принять решение опубликовать другой вид нормативного документа:

- перспективная спецификация ISO (ISO/PAS) представляет собой соглашение между техническими экспертами рабочей группы ISO и предлагается для публикации, если она одобрена не менее чем 50 % членов вышестоящего комитета, принимающих участие в голосовании;
- технологическая спецификация ISO (ISO/TS) представляет собой соглашение между членами технического комитета и предлагается для публикации, если она одобрена 2/3 членов комитета, принимающих участие в голосовании.

ISO/PAS или ISO/TS пересматривают по истечении трех лет, для того чтобы решить, соответствует ли документ международному стандарту или его нужно отозвать. Если ISO/PAS или ISO/TS одобряют, то его пересматривают снова в течение трех лет, после чего преобразовывают в международный стандарт или отзывают.

IDF (Международная молочная федерация) является некоммерческой организацией, представляющей мировую молочную промышленность. Членами IDF являются национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации по молочному животноводству, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности с IDF. Каждый член IDF имеет право быть представленным в постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Основная задача постоянных комитетов — подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам для утверждения до опубликования в качестве международных стандартов. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % Национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Если требуется срочная разработка требований для таких документов, постоянный комитет может принять решение опубликовать другой вид нормативного документа под именем IDF: пересматриваемый метод. Такой метод представляет собой соглашение между членами постоянного комитета и предлагается для публикации, если его одобрили не менее 50 % членов комитета, принимающих участие в голосовании. Пересматриваемый метод приравнивается к ISO/PAS или ISO/TS до тех пор, пока не будет подготовлен документ, соответствующий требованиям ISO.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. IDF не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO/TS 22113/IDF/RM 204 подготовлен Международной молочной федерацией (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты». Этот стандарт опубликован совместно с IDF и ISO.

Вся работа была проделана Совместной инициативной группой ISO-IDF (C01) по определению титруемой кислотности жира (BDI метод) постоянного комитета по аналитическим методам под наблюдением руководителя проекта P. Trossat (Франция).

МКС 67.100.10

Поправка к ГОСТ ISO/TS 22113/IDF/RM 204—2014 Молоко и молочные продукты. Определение титруемой кислотности молочного жира

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение титруемой кислотности молочного жира

Milk and milk products. Determination of the titratable acidity of milk fat

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рутинный метод определения титруемой кислотности молочного жира.

Метод применим к молочному жиру, полученному:

a) из сырого молока;

b) обработанного молока;

c) молока, восстановленного из сухого молока;

d) сливок с любым содержанием жира при условии, что продукт разбавляют так, чтобы получить массовую долю жира от 4 % до 6 %.

Этот метод не применим к сквашенному молоку или молоку, которое подверглось бактериальной или ферментативной порче.

Примечания

1 Процедура титрования также может быть применена к жиру, выделенному из некоторых других молочных продуктов.

2 Настоящий стандарт предназначен для партий образцов от пяти до нескольких сотен испытаний в день.

2 Принцип

Количество образца тщательно смешивают с раствором, содержащим тетрафосфат натрия и поверхностно-активные вещества. Смесь нагревают на кипящей водяной бане для получения разделения жира. Известное количество выделенного жира растворяют в органическом растворителе.

3 Реактивы

Используют реактивы только марки ч. д. а., если не указано иное, и дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной чистоты.

3.1 Раствор фосфорной кислоты, $c(H_3PO_4) \approx 1$ моль/л.

3.2 Реактив BDI[1)]

Растворяют 70 г тетрафосфата натрия в 700 мл дистиллированной воды без дополнительного подогрева и перемешивания.

Добавляют 30 г этиленгликоля[2)] и перемешивают. Доводят pH до 6,6 с помощью раствора фосфорной кислоты (3.1), если это необходимо. Разбавляют в 1 л воды и перемешивают. При необходимости регулируют pH раствором фосфорной кислоты (3.1).

[1)] Аббревиатура «BDI» установлена Бюро молочной индустрии; эта организация первая разработала данный метод.

[2)] «Triton X-100» — пример соответствующего коммерчески доступного продукта. Эта информация дана для удобства использования данного документа и не означает одобрения его со стороны ISO или IDF.

Издание официальное

Если хранить в холодильнике и в темном месте, реактив BDI стабилен в течение 1 мес.

Примечание — Тетрафосфат натрия — это полифосфат, содержащий тетрафосфат натрия $(NaPO_3)_4$ в качестве основного и некоторые другие компоненты полифосфатов.

3.3 Раствор тимолового синего, *c* ($C_{27}H_{30}O_5S$) = 0,1 г/л в пропаноле

Растворяют 0,1 г натриевой соли тимолового синего в 100 мл пропанола, чтобы приготовить исходный раствор. Непосредственно перед использованием разбавляют один объем исходного раствора с девятью объемами пропанола.

3.4 Реактив растворителя жиров

Смешивают одну часть раствора тимолового синего (3.3) с четырьмя объемами петролейного эфира с температурой кипения в диапазоне от 60 °С до 80 °С.

Реактив растворителя жира допускается хранить в темноте в течение 1 мес.

3.5 Раствор гидрофталата калия, *c* ($KHC_8H_4O_4$) = 0,01 моль/л

Растворяют 1,0211 г гидрофталата калия в 500 мл мерной колбе (4.11). Добавляют до 500 мл (до метки) воды и перемешивают.

3.6 Раствор гидроксида тетра-н-бутиламмония, *c* ($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/л в смеси пропанола и метанола

Разводят один объем гидроксид тетра-н-бутиламмония, *c* [$(C_4H_9)_4NOH$] = 0,1 моль/л в смеси пропанола и метанола с девятью объемами пропанола, чтобы получить конечную концентрацию *c* ($C_{16}H_{37}NO$) = 0,01 моль/л.

Концентрация гидроксида тетра-н-бутиламмония может изменяться при хранении и наливании в бюретку. По этой причине необходимо определить фактическую концентрацию раствора до четырех знаков после запятой перед использованием путем титрования стандартного раствора (3.5) с использованием раствора тимолового синего (3.3) в качестве индикатора.

Если бюретка оснащена приспособлением, чтобы исключить ввод диоксида углерода, концентрация стабильна 1 мес.

3.7 Опытный и контрольный образцы жира

3.7.1 Опытный образец жира

Расплавляют немного безводного молочного жира (например, 1000 г), имеющего уровень кислотности между 0,5 ммоль/100 г и 1,0 ммоль/100 г жира. Разделяют расплавленный образец безводного молочного жира на подвыборки (например, 5 г каждая).

При хранении подвыборок опытных образцов жира в морозильной камере при минус 20 °С и ниже срок хранения может составлять не менее 2 лет.

Образцы опытного жира могут быть использованы для проверки воспроизводимости результатов, полученных при титровании (7.2) либо в течение одного сеанса работы, либо в перерывах между работой в течение длительного периода времени (от нескольких месяцев до года).

3.7.2 Контрольный образец жира

Контрольные образцы жира состоят из молочного жира с низкой кислотностью (основного жира), обогащенного пальмитиновой кислотой (C_{16}) в диапазоне от 0,5 до 1,5 ммоль/100 г на 100 г жира.

Точность титрования может быть проверена с помощью уравнения регрессии

$$b(C_{16}) = \alpha + \beta\Delta b, \quad (1)$$

где $b(C_{16})$ — количество пальмитиновой кислоты, выраженное в ммоль на 100 г жира, добавленной к основному жиру;

Δb — разница значений BDI образцов и BDI основных жиров (пусто).

Подготовка и руководство для использования контрольных образцов жира описаны в приложении С.

4 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

4.1 Пипетки или шприцы вместимостью 10, 25 и 50 мл.

4.2 Пробирки для разделения жира, состоящие из объемной чаши с узким стволом (штоком) для сбора небольших количеств жира, извлеченного из смеси реагентов. Диаметр штока должен быть достаточно большим, позволяющим использовать шприц (4.5), чтобы отобрать образец жира. Модели пробирок разделения жира приведены в приложении А.

Также могут быть использованы бутирометры в соответствии с ISO 3432/IDF 221 [3].

Примечание — Отделение жира повышается за счет центрифугирования, особенно в трубках с узким штоком.

4.3 Водяная баня, способная поддерживать температуру (45 ± 1) °С.

4.4 Кипящая водяная баня, способная поддерживать температуру не менее 95 °С.

4.5 Калиброванный шприц, регулируемый и способный отбирать известное количество молочного жира около 0,25 г при 45 °С с точностью до 2 мг.

Примечание — Отбор определенного количества жира может быть сделан точно и удобно также с помощью положительной смещенной пипетки.

4.6 Сосуд для титрования вместимостью от 10 до 100 мл в зависимости от объемов испытуемых образцов, с возможностью титровать в одно титрование, снабженный перемешивающим устройством.

4.7 Микробюретки, с делением шкалы не менее 0,002 мл.

4.8 Азот, свободный от углекислого газа.

4.9 Газ в емкости, содержащей петролейный эфир с температурой кипения от 60 °С до 80 °С, связанной с подачей азота (4.8) и сосудом для титрования (4.6).

4.10 Колориметр с погружаемым зондом, пригодный для измерения на длине волны от 600 до 620 нм, с возможностью подключения к сосуду для титрования (4.6).

4.11 Мерные колбы, вместимостью от 100 до 500 мл, класса А по ISO 1042 [2].

Примечания

1 Сосуд для титрования (4.6), микробюретки (4.7) для доставки безводного раствора титранта гидроксида тетра-н-бутиламмония (3.6), снабжаемый азотом (4.8) через емкость с газом (4.9), и погруженный зонд подключены к колориметру (4.10), собраны в типичном устройстве (см. приложение В) для последовательного титрования нескольких образцов в одном и том же объеме растворителя жиров.

2 Простое устройство для ручного титрования с визуальным определением конечной точки титрования может быть установлено без колориметра с погружаемым зондом.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 707/IDF 50 [1].

Важно, чтобы лаборатории получали действительно репрезентативные образцы, которые не были повреждены или изменены во время транспортирования или хранения.

6 Подготовка образцов для испытаний

6.1 Хранение и консервирование

Образцы молока или сливок следует хранить и транспортировать при температуре от 0 °С до 4 °С (сухое молоко допускается хранить при температуре окружающей среды) и подвергать анализу в течение 36 ч.

При длительном хранении или хранении образцов в холодильнике при температуре приблизительно 5 °С рекомендуется использовать перекись водорода конечной концентрацией 0,2 г/л H_2O_2. В этом случае образцы могут храниться в течение четырех дней.

6.2 Предварительная обработка испытуемого образца

6.2.1 Образец молока

Осторожно перемешивают испытуемый образец путем перевертывания несколько раз без нагревания.

6.2.2 Образец сливок

Разбавляют образец сливок, используя соответствующее количество обезжиренного молока или воды для получения в образце массовой доли жира от 4 % до 6 %.

Использование воды для разбавления сливок может привести к неправильной оценке уровня свободных жирных кислот (СЖК) по сравнению с исходным молоком. В этих случаях применяют корректирующие действия для получения точных результатов (см. [8]).

6.2.3 Образец сухого молока

В мерной колбе вместимостью 100 мл (4.11) растворяют около 13 г сухого молока, добавляют 60 мл воды и перемешивают, используя смеситель (миксер), в течение 70 мин при комнатной температуре. Доводят до метки (до 100 мл) водой и снова тщательно перемешивают.

7 Проведение испытаний

7.1 Выделение жира

Смешивают 3,5 части (±3 %) испытуемого образца (молоко, разбавленные сливки или восстановленное сухое молоко) (6.2) и одну часть (±1,5 %) реактива BDI (3.2) в пробирке для выделения жира в следующих количествах:

a) при использовании пробирок для разделения жира (4.2), смешивают (31 ± 1) мл исследуемого образца (6.2) и (8,9 ± 0,1) мл реактива BDI (3.2);

b) при использовании бутирометра (4.2) смешивают (16,0 ± 0,5) мл исследуемого образца (6,2) и (4,5 ± 0,1) мл реактива BDI (3.2);

c) при использовании других пробирок смешивают объемные доли испытуемого образца (6.2) и реактива BDI в соотношении 3,5 ± 1, используя такие объемы, чтобы столбец жира был в узкой (градуированной) части разделительной пробирки (4.2).

Сразу после заполнения пробирку для разделения жира закрывают и смешивают содержимое.

Исследуемый образец сырого молока осторожно перемешивают, переворачивая пробирки несколько раз. Образцы термически обработанного молока или восстановленного из сухого молока встряхивают более интенсивно, чтобы добиться хорошего разделения жира.

После этого как можно быстрее (но не позднее чем через 5 мин) пробирку помещают в кипящую водяную баню (4.4), выдерживают при температуре не менее 95 °С в течение 15 мин. Температура воды в бане должна быть выше 95 °С и уровень воды — выше верхнего уровня пробирки.

Для пробирок с узкими горлышками, а также с другими образцами молока, кроме сырого, может понадобиться центрифугирование для лучшего отделения жира.

В случае плохого отделения жира пробирки с образцами помещают в холодильник для затвердевания жира. После разогрева в кипящей водяной бане отделение жира увеличивается. В любом случае жир должен быть прозрачным и свободным от любых частиц.

После экстрагирования жира пробирку помещают в водяную баню (4.3) при 45 °С. Уровень воды должен быть выше уровня содержимого пробирки.

7.2 Титрование

Титрование выполняют в сосуде для титрования (4.6) под свободной от двуокиси углерода атмосферой. Соединяют сосуд для титрования для подачи азота (4.8) с емкостью с газом (4.9). Регулярно заполняют газом емкость, чтобы компенсировать испарение петролейного эфира.

Помещают подходящий объем растворителя жира (3.4) и 0,25 г опытного жира (3.7.1) в сосуд для титрования (4.6), освобождают от диоксида углерода, промывая азотом (4.8).

Контроль установки длины волны колориметра. Регулируют шкалу колориметра на уровне 0 % (темный) и 100 % (растворитель с жиром образца) передачи.

Регулируют конечную точку титрования на 70 % по сравнению с масштабом трансмиссии. Нейтрализуют растворитель жира раствором тетра-н-бутиламмонного гидроксида (3.6).

Используя калиброванный шприц (4.5), добавляют около 0,25 г опытного образца жира и титруют. Процедуру повторяют пять раз, чтобы были выполнены требования, указанные для повторяемости (9.2).

Если результаты, полученные для опытного образца жира, находятся вне диапазона пределов повторяемости, проверяют устройство титрования (приложение В) и процедуру титрования.

С помощью калиброванного шприца (4.5) переносят пробу около 0,25 г подготовленного образца жира (7.1) в сосуд для титрования и титруют.

Растворитель жира заменяют свежим растворителем после проведения трех титрований в 2 мл растворителя жира (например, 60 титрований в объеме 40 мл растворителя жира).

При титровании небольшого количества образцов, конечная точка титрования может быть оценена визуальным наблюдением за изменением цвета (от желтого до слабо-зеленоватого). По крайней мере, два титрования могут быть осуществлены в 5 мл растворителя жира.

8 Расчет и обработка результатов

8.1 Расчет

Рассчитывают кислотность жира исследуемого образца b_{H+}, выраженное в ммоль на 100 г жира, с использованием уравнения

$$b_{H+} = Vc/m \cdot 100, \quad (2)$$

где V — объем в миллилитрах, выраженный с точностью до трех знаков после запятой, тетра-н-бутиламмония гидроксида натрия (3.6), используемый в титровании;

c — точная концентрация в моль на литр, выраженная до четырех знаков после запятой, тетра-н-бутиламмония гидроксида натрия (3.6);

m — масса в граммах, выраженная с точностью до трех знаков после запятой, переноса жира калиброванным шприцем в сосуд для титрования.

8.2 Обработка результатов

Результаты испытания округляют до второго десятичного знака.

9 Проверка точности

9.1 Межлабораторные испытания

Значения воспроизводимости, полученные при межлабораторных исследованиях, определяют в соответствии с ISO 5725-1 [4] и ISO 5725-2 [5]. Однако только три лаборатории принимали участие в испытаниях.

Полученные значения, таким образом, следует рассматривать только как ориентировочные. Подробная информация о межлабораторных испытаниях на точность метода приведена в приложении D.

9.2 Повторяемость

Абсолютное различие между двумя отдельными результатами испытаний, полученными тем же методом на идентичных исследуемых материалах, в той же лаборатории одним и тем же оператором, на том же оборудовании, в течение короткого интервала времени, будет ориентировочно не более чем в 5 % случаев превышать 0,072 ммоль/100 г.

10 Отчет об испытании

Протокол испытаний должен содержать, по крайней мере, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод отбора проб, если известно;

c) используемый метод испытания, вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все рабочие подробности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробной информацией о любых инцидентах, которые могли повлиять на результат(ы);

e) полученный(е) результат(ы) исследования;

f) если повторяемость была проверена, окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Образцы пробирок для выделения жира

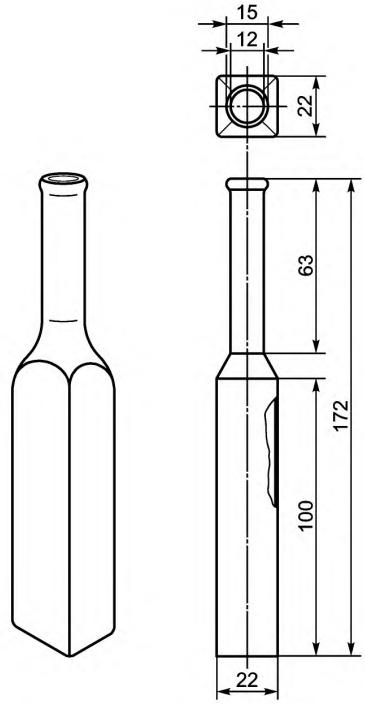
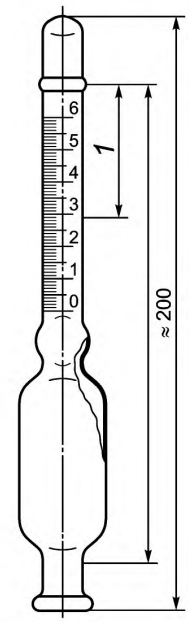


Рисунок А.1 — Пробирка Moned

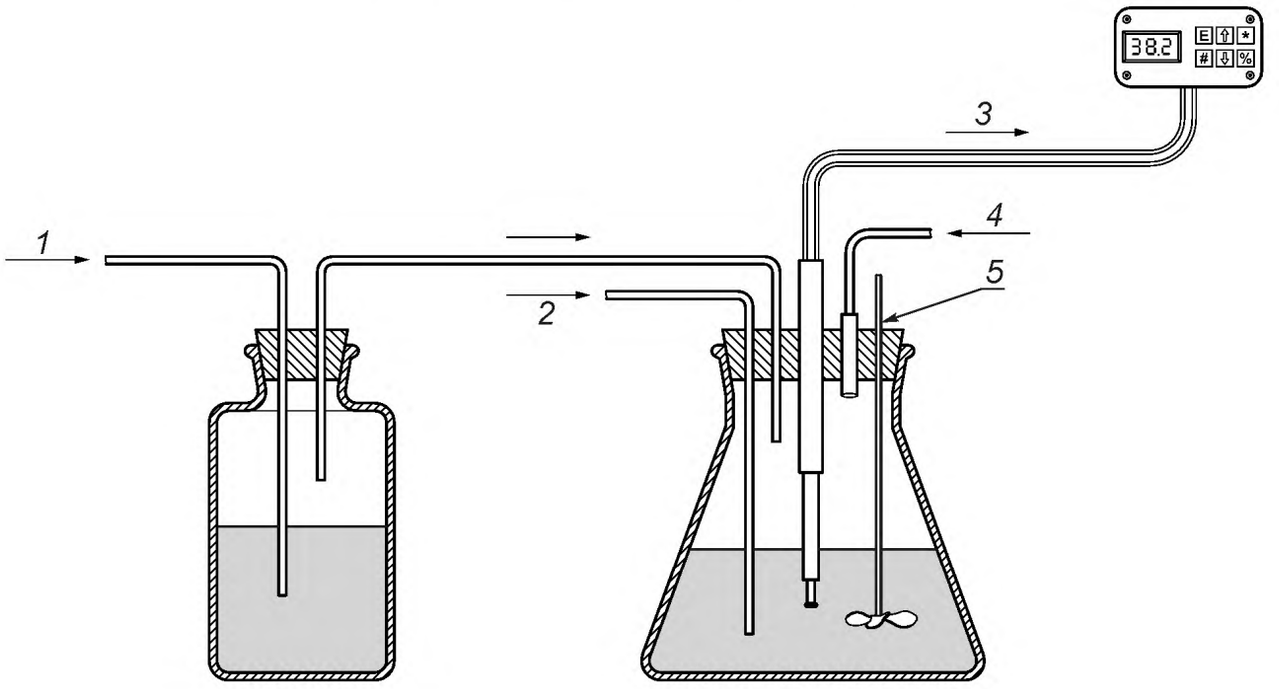


1 — экстрагированный жир

Рисунок А.2 — Основной образец пробирки для выделения жира

Приложение В
(справочное)

Типичная титровальная установка для последовательного титрования нескольких образцов в одном объеме растворителя жира



1 — подача азота через чистую посуду, содержащую петролейный эфир; *2* — вход для основного обезвоженного тетра-н-бутиламмония гидроксида; *3* — оптический зонд, подключенный к колориметру; *4* — вход для ввода растворителя жира и образцов жира; *5* — перемешивающее устройство

Рисунок В.1 — Типичная титровальная установка для последовательного титрования

Приложение С
(справочное)

Руководство по подготовке и реализации контрольных образцов жира для последующего титрования

С.1 Подготовка контрольных образцов жира

С.1.1 Основной молочный жир

Получают достаточное количество молочного жира с низким содержанием кислотности жира. Растапливают его при 38 °С.

С.1.2 Подготовка контрольных образцов жиров, обогащенных пальмитиновой кислотой (C_{16})

С.1.2.1 Контрольный образец жира А, обогащенный 1,25 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира

Взвешивают с точностью до 0,1 мг (0,962 ± 0,001) г пальмитиновой кислоты. Растворяют пальмитиновую кислоту примерно в 300 г основного молочного жира (С.1.1) и перемешивают.

Полученная таким образом и взвешенная с точностью до 0,01 г масса является контрольным образцом жира А.

Пальмитиновая кислота не на 100 % чистая. Следовательно, чистота должна быть принята во внимание при взвешивании. Например, при взвешивании пальмитиновой кислоты, содержащей по крайней мере 98 %, масса будет составлять около 0,962/0,98 = 0,982 г вместо 0,962 г.

Значение $b(C_{16})_{1,25}$ пальмитиновой кислоты в контрольном образце жира А, выраженное в миллимоль на 100 г, рассчитывают используя уравнение

$$b(C_{16})_{1,25} = wm_1 \cdot 10^5/m_2M, \quad (C.1)$$

где w — значение чистоты, являющееся массовой долей пальмитиновой кислоты (значение w обычно находится между 0,98 и 1,00);

m_1 — масса в граммах пальмитиновой кислоты для приготовления контрольного образца жира;

m_2 — масса в граммах от общего количества подготовленного контрольного образца жира;

M — молекулярная масса в граммах пальмитиновой кислоты (M = 256,43 г/моль).

С.1.2.2 Контрольный образец жира В, обогащенный 1,00 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира

Взвешивают с точностью до 0,01 г (80,00 ± 0,01) г контрольный образец жира А (С.1.2.1). Растворяют контрольный образец в (20,00 ± 0,01) г основного молочного жира (С.1.1) и перемешивают.

Полученная таким образом и взвешенная с точностью до 0,01 г масса является контрольным образцом жира В.

Значение $b(C_{16})_{1,00}$ пальмитиновой кислоты в контрольном образце жира В, выраженное в моль на 100 г, рассчитывают используя уравнение

$$b(C_{16})_{1,00} = b(C_{16})_{1,25} \cdot (m_3/m_4), \quad (C.2)$$

где m_3 — масса в граммах контрольного образца жира А, растворенного в основном молочном жире;

m_4 — масса в граммах от общего количества подготовленного контрольного образца жира В.

С.1.2.3 Контрольный образец жира С, обогащенный 0,75 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира

Взвешивают с точностью до 0,01 г (60,00 ± 0,01) г контрольный образец жира А (С.1.2.1). Растворяют контрольный образец жира А в (40,00 ± 0,01) г основного молочного жира (С.1.1) и перемешивают.

Полученная таким образом и взвешенная с точностью до 0,01 г масса является контрольным образцом жира С.

Значение $b(C_{16})_{0,75}$ пальмитиновой кислоты в контрольном образце жира С, выраженное в моль на 100 г, рассчитывают используя уравнение

$$b(C_{16})_{0,75} = b(C_{16})_{1,25} \cdot (m_5/m_6), \quad (C.3)$$

где m_5 — масса в граммах контрольного образца жира А, растворенного в основном молочном жире;

m_6 — масса в граммах от общего количества подготовленного контрольного образца жира С.

С.1.2.4 Контрольный образец жира D, обогащенный 0,50 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г жира

Взвешивают с точностью до 0,01 г (40,00 ± 0,01) г контрольный образец жира А (С.1.2.1). Растворяют контрольный образец жира А в (60,00 ± 0,01) г основного молочного жира (С.1.1) и перемешивают.

Полученная таким образом и взвешенная с точностью до 0,01 г масса является контрольным образцом жира D.

Значение $b(C_{16})_{0,50}$ пальмитиновой кислоты в контрольном образце жира D, выраженное в моль на 100 г, рассчитывают используя уравнение

$$b(C_{16})_{0,50} = b(C_{16})_{1,25} \cdot (m_7/m_8), \quad (C.4)$$

где m_7 — масса в граммах контрольного образца жира A, растворенного в основном молочном жире;

m_8 — масса в граммах от общего количества подготовленного контрольного образца жира D.

С.2 Исследование контрольных образцов жира

С.2.1 Определение кислотности жира в контрольных образцах жира

В соответствии с процедурой (7.2) определяют кислотность жира в основном молочном жире (С.1.1) (пустой) и значения кислотности жира $b_{1,25}$, $b_{1,00}$, $b_{0,75}$ и $b_{0,50}$ из четырех контрольных образцов жира.

С.2.2 Расчеты и оценки результатов

Таблица С.1 — Расчеты

Образец	Количество пальмитиновой кислоты в контрольных образцах жира $b(C_{16})_{i,\ ref}$	Объем реагента BDI, определяемый по 7.2	$b_N(b_i - b_0)$	Соотношение $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$
Основной жир		b_0		
Контрольный образец жира A	1,25	1,25	Δb_A	$[\Delta b_A/b(C_{16})_{1,25}]_A$
Контрольный образец жира B	1,00	1,00	Δb_B	$[\Delta b_B/b(C_{16})_{1,00}]_B$
Контрольный образец жира C	0,75	0,75	Δb_C	$[\Delta b_C/b(C_{16})_{0,75}]_C$
Контрольный образец жира D	0,50	0,50	Δb_D	$[\Delta b_D/b(C_{16})_{0,50}]_D$

Резюмируя цифры, представленные в таблице С.1:

a) в столбце 2 — перечень значений пальмитиновой кислоты в контрольных образцах жирах A, B, C и D;

b) в столбце 3 — значения объема BDI контрольных жиров A, B, C и D, определенные в соответствии с 7.2;

c) в столбце 4 — перечень значений Δb_A, Δb_B, Δb_C и Δb_D, рассчитанные вычитанием объемов BDI основного жира из объемов BDI контрольных образцов жиров A, B, C и D.

Для каждого из контрольных образцов жира вычисляют соотношение: $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$, где N—A, B, C и D; i—1,25; 1,00; 0,75 и 0,50 соответственно.

Вычисляют также стандартное отклонение $s_{b\,(C_{16})p,b}$, используя уравнение регрессии

$$b(C_{16})_p = \alpha + \beta b, \quad (C.5)$$

где $b(C_{16})_p$ — рассчитанные значения пальмитиновой кислоты в контрольных образцах жира (С.1);

b — полученные объемы справочных образцов жира (С.1.2).

Если одно или более соотношений $\Delta b_N/b(C_{16})_{i,\ ref}$ выходят за пределы 1,00 ± 0,05 (т. е., если результат отклоняется более чем на 5 % от прогнозируемого значения) или если стандартное отклонение $s_{b(C_{16})p,b} > 0{,}02$ моль/100 г жира, проверяют растворы для титрования (3.6), прибор для титрования (приложение В) и процедуру титрования (7.2).

После этих проверок, если подтверждается хорошая сходимость результатов титрования образцов опытного жира (3.7.1) и контрольных образцов жира (3.7.2), но отклонение остается выходящим за пределы 1,00 ± 0,05, то существует систематическое, но воспроизводимое отклонение результатов титрования. Эта проблема должна быть решена в первую очередь для получения достоверных результатов.

Примечание — Эта систематическая ошибка может быть следствием ошибки при расчетах объемов фактически добавленных калиброванным шприцем (4.5) или микробюреткой (4.7).

Приложение D
(справочное)

Межлабораторные испытания

В совместных закрытых испытаниях принимали участие три лаборатории, были исследованы шесть образцов:

a) два образца жидкого молока (S1 и S2);
в) два образца сухого молока (S3 и S4);
c) два образца сливок (S5 и S6).

Образцы были подготовлены и отправлены Cecalait, Poligny (Франция). Статистически обработанные данные представлены в таблице D.1.

Т а б л и ц а D.1 — Результаты испытаний

Параметр	Образец						
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	Значение
Номера участвующих лабораторий	3	3	3	3	3	3	—
Среднее значение, ммоль/100 г жира	1,273	0,674	0,593	0,484	0,331	0,257	—
Стандартное отклонение повторяемости s_r, ммоль/100 г жира	0,031	0,018	0,043	0,019	0,021	0,010	0,026
Предел повторяемости r (=2,8s_r), ммоль/100 г жира	0,086	0,051	0,118	0,052	0,058	0,028	0,072
Стандартное отклонение s, ммоль/100 г жира	0,064	0,037	0,062	0,004	0,011	0,036	—

Библиография

[1] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks. (Лабораторное стекло. Мерные колбы с одной меткой)

[3] ISO 3432/IDF 221 Cheese — Determination of fat content — Butyrometer for van Gulik method (Сыр. Определение содержания жира. Бутирометры для метода Ван Гулик)

[4] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) измерительных методов и результатов. Часть 1. Основные принципы и определения]

[5] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) измерительных методов и результатов. Часть 2. Базовый метод для определения повторяемости, воспроизводимости и сходимости стандартных измерительных методов]

[6] Cartier P., Chilliard Y., Chazal M.P. Determination of milk lipase activity and milk free fatty acid content using colorimetric automatic titration/Lait 1984. 64. pp. 340—355

[7] Driessen F.M., Jellema A., Van Luin F.J.P., Stadhouders J., Wolbers G.J.M. The estimation of the fat acidity in raw milk. An adaptation of the BDI method, suitable for routine assays. Neth. Milk Dairy J. 1977, 31, pp. 40—55

[8] Evers J.M., Luckman S., Palfreyman K.R. The BDI method — Part 1: Determination of free fatty acids in cream and whole milk powder. Austral. J. Dairy Techol. 2000, 55, pp. 33—36

[9] Evers J.M. Determination of free fatty acids in milk using the BDI method — Some practical and theoretical aspects. Int. Dairy J. 2003 13, pp. 111—121

[10] Jellema A. Automatic titration with the aid of a colorimeter in the determination of the degree of fat acidity. Report of an exploratory study. MOC in Wageningen, in cooperation with instrument Trading «South Holland» v/h A. Hofelt BV in the Hague,1979-11

[11] Jellema A., Oger R., Van Reusel A. Milk fat products and butter —Determination of fat acidity. Collaborative study by Joint IDF/ISO/AOAC Group E 39. Bull. IDF 1988, (235), pp. 81—91

[12] Kuzdzal-Savoie S. Determination of free fatty acids in milk and milk products. Bull. IDF 1980, (118), pp. 53—66

[13] Perrin D.R., Perrin D.D. The determination of free fatty acids in milk. J. Dairy Res. 1958, 25, pp. 221—227

[14] Standart methods for the examination of dairy products, 17th edition. New York, NY: American Public Health Association, 2004

[15] Van Reusel A. Contribution to the study of the determination of free fatty acids in milk and dairy products. Gembloux: Centre de Recherches Agronomiques de l'Etat, 1989

УДК 576.8:006.354 МКС 67.100.10 IDT

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, титруемая кислотность, молочный жир, методы выделения, область применения, реактивы

Редактор *Н.В. Стратонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.05.2015. Подписано в печать 26.05.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Доп. тираж 12 экз. Зак. 2809.

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

gost.e-ecolog.ru