ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
(ВНИМИ)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИИМС
А.И. Асташенков
_____ 2000 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИМИ
В.Д. Харитонов
_____2000 г.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Массовая доля жира, белка, лактозы, сухих веществ и кислотность в продуктах детского питания

Методики выполнения измерений с применением инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120

МИ 2616 - 2000

Москва
2000

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНА Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС) и Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ВНИМИ)

ИСПОЛНИТЕЛИ О.А. Гераймович, (руководитель темы), Т.А. Иванова, Н.П. Миф, к.т.н. (руководитель темы), Е.А. Юрова , Ю.И. Яжборовская.

АТТЕСТОВАНА ВНИИМС Свидетельство N 105-06-00

УТВЕРЖДЕНА ВНИИМС и ВНИМИ

ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС

Обозначение документа	Пункт рекомендации
ГОСТ 12.1.004	2
ГОСТ 12.4.009	2
ГОСТ 1770	1.8
ГОСТ 3118	приложение
ГОСТ 3624	10.4.2
ГОСТ 4207	приложение
ГОСТ 4232	приложение
ГОСТ 4328	1.10
ГОСТ 4457	приложение
ГОСТ 5823	приложение
ГОСТ 6709	1.11; приложение
ГОСТ 7699	приложение
ГОСТ 12026	приложение
ГОСТ 24104	1.2; приложение
ГОСТ 25336	1.9; приложение
ГОСТ 26809	5.1
ГОСТ 27068	приложение
ГОСТ 28498	1.3
ГОСТ 29169	приложение
ГОСТ 30648.1	6.4.2
ГОСТ 30648.2	7.4.2
ГОСТ 30648.3	8.4.2

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Т 86.5

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ **Массовая доля жира, белка, лактозы, сухих веществ и кислотности в продуктах детского питания** **Методики выполнения измерений** **с применением инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120**	**МИ 2616-2000**

Настоящая рекомендация предназначена для измерений массовых долей жира, белка, сухих веществ и кислотности в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах, детских пастообразных продуктах и массовой доли лактозы в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах и устанавливает методики выполнения их измерений с применением инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120.

При наличии инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120 на предприятии методики включают в Раздел "Методы контроля" соответствующих технических условий.

При разработке и пересмотре государственных стандартов настоящие методики включают в соответствующие разделы государственных стандартов.

1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

1.1 Инфракрасный анализатор MilkoSkan FT 120. Характеристики анализатора приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование измеряемого компонента	Пределы измерений	*Относительное среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений, %	Время проведения анализа в зависимости от вязкости продукта, с
Массовая доля жира, %	0 - 60	1,0	30 - 45
Массовая доля белка, %	0 - 15	1,0	30 - 45
Массовая доля сухих веществ, %	0 - 70	0,8	30 - 45
Массовая доля лактозы, %	0 - 25	1,0	30 - 45
Кислотность, °Т	0 - 150	1,0	30 - 45

*По документации фирмы-изготовителя КР (коэффициент разброса) равен СО (стандартное отклонение), деленному на средний результат измеряемых проб и умноженному на 100.

1.2 Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

1.3 Термометры ртутные стеклянные лабораторные с диапазоном измерений температуры 0-100 ° С с ценой деления шкалы 0,5 ° С или 1,0 ° С по ГОСТ 28498.

1.4 Гомогенизатор роторный с 4 четырех лопастным ножом, частотой вращения ножей (2000-5000) мин$^{-1}$ и вместимостью стакана (200-1000) см^3 или аналогичное устройство.

1.5 Испаритель ротационный.

1.6 Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (40 ± 2)° С.

1.7 Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (65± 2)^0 С.

1.8 Колбы мерные вместимостью 150 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

1.9 Стаканы В - 1 - 100 ТС по ГОСТ 25336.

1.10 Натрия гидроокись х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4328.

1.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается применение технических средств по п.п 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, имеющих технические характеристики не хуже указанных.

2 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- требования, изложенные в технической документации на инфракрасный анализатор MilkoSkan FT 120.

3 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, прошедших инструктаж по технике безопасности, изучивших настоящую рекомендацию и инструкцию по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120 и освоивших методы измерений массовых долей жира, белка, лактозы, сухих веществ и кислотности в продуктах детского питания.

4 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха (10 - 35)° С;
атмосферное давление (630-800) мм рт. ст.;
относительная влажность воздуха не более 80% (периодически допускается до 93 %);
напряжение в сети (115 или 230 В) ± 15%.

5 Подготовка к выполнению измерений

5.1 Отбор проб продуктов детского питания осуществляют в соответствии с ГОСТ 26809-86 "Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу".

5.2 Подготовка проб жидких пресных молочных продуктов к измерениям

5.2.1 Образцы молочных продуктов детского питания, не имеющих в своем составе жиров немолочного происхождения, помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$ и нагревают в водяной бане до температуры 40° С.

5.2.2 Образцы продуктов детского питания в потребительской упаковке нагревают, помещая всю упаковку в водяную баню. Для правильного нагрева образец целиком погружают в водяную баню не менее, чем на 10 минут и осторожно перемешивают в процессе нагревания.

5.2.3 Образцы гомогенизированных продуктов детского питания могут быть исследованы без предварительной пробоподготовки.

5.2.4 Все испытуемые образцы перед проведением измерений осторожно перемешивают. Следует избегать энергичного встряхивания, чтобы исключить попадания в образец пузырьков воздуха, влияющих на результаты измерения.

5.3 Подготовка проб жидких кисломолочных продуктов к измерениям

5.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации С (NaOH)=0,.5 $моль/дм^3$ (0,5 н)

5.3.1.1 Взвешивают в стакане 20,0 г NaOH, растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.3.2 Взвешивают 50,0 г исследуемого продукта в колбу вместимостью 150 $см^3$, добавляют 15,0 г раствора гидроокиси натрия концентрации С (NaOH)=0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н), предварительно нагретого до температуры 60° С.

5.3.3 Образец тщательно перемешивают до полного его растворения. Для ускорения этого процесса образец можно нагреть до температуры 40° С.

5.4 Подготовка проб пастообразных продуктов (творожка детского) к измерениям

5.4.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации С (NaOH)=0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н)

5.4.1.1 Взвешивают в стакане 4,0 г NaOH, растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.4.2 Взвешивают 50,0 г тщательно перемешанного образца в колбу вместимостью 150 $см^3$ и добавляют 50,0 г раствора гидроокиси натрия концентрации С (NaOH)=0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н), предварительно нагретого до температуры 60° С.

5.4.3 Образец перемешивают с помощью гомогенизатора при 2000 $мин^{-1}$ в течение 30 с. Для ускорения растворения продукта образец нагревают до 40° С.

5.5 Подготовку приборов к измерениям осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора MilkoSkan FT 120.

6 Методика выполнения измерений массовой доли жира

6.1 Метод измерений

Метод заключается в измерениях ИК - спектра поглощения методом Фурье - спектроскопии с последующей обработкой характерных для триглицеридов молока областей спектра.

6.2 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами погрешности, приведенными в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли жира, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли жира, ±, %
1	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	Жидкие пресные	0,0 - 10,0	0,12
1.2	Жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,09
2	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	Жидкие пресные	0,0 - 10,0	0,12
2.2	Жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,09
3	**Пастообразные продукты**		
3.1	Творожок детский	1,0 - 18,0	0,30

6.3 Требования к анализируемым продуктам

Требования к анализируемым продуктам изложены в таблице 3. При несоответствии продуктов указанным требованиям погрешность измерений может превышать значения, приведенные в таблице 2.

Таблица 3

Наименование продукта	Титруемая кислотность, °Т	Массовая доля белка, %	Массовая доля лактозы, %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ, %
Жидкие пресные молочные	12,0 - 20,0	2,0 - 5,0	3,0 - 5,5	10,0 - 16,0
Жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,0 - 5,0	3,5 - 4,5	10,0 - 16,0
Пастообразные	60,0 - 150,0	6,0 - 10,0	не нормируется	10,0 - 16,0

6.4 Выполнение измерений

6.4.1 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120. Проводят не менее трех измерений, число измерений задают и вычисляют соответствующее среднее значение.

6.4.2 Градуировку инфракрасного анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в ГОСТ 30648.1-99 "Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира" (раздел 5).

6.4.3 Ежедневно после включения прибора проводят проверку правильности градуировки анализатора на образцах продуктов детского питания для градуировки. Если разность между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает 0,02% массовой доли жира, то проводят новую градуировку (п.6.4.2).

6.5 Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми не должно превышать:

для жидких пресных молочных продуктов - 0,02 %;

для жидких кисломолочных продуктов - 0,04 %;

для пастообразных продуктов - 0,06 %.

При превышении значений допускаемых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторении превышения указанного норматива проводят повторный отбор образцов исследуемых продуктов детского питания.

Результат анализа представляют в виде: (X, %)

Использование и хранение информации осуществляют в соответствии с разделами "Методы контроля" нормативно-технической документации конкретного вида продуктов детского питания.

7 Методика выполнения измерений массовой доли белка

7.1 Метод измерений

Метод заключается в измерениях ИК - спектра поглощения методом Фурье - спектроскопии с последующей обработкой характерных для аминов молока областей спектра.

7.2 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами погрешности, приведенными в таблице 4.

Таблица 4

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли белка, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли белка, ±, %
1	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	Жидкие пресные	2,0 - 5,0	0,15
1.2	Жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,15
2	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	Жидкие пресные	2,0 - 5,0	0,15
2.2	Жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,15
3	**Пастообразные продукты**		
3.1	Творожок детский	2,0 - 5,0 5,0 - 8,0	0,25 0,35

7.3 Требования к анализируемым продуктам

Требования к анализируемым продуктам изложены в таблице 5. При несоответствии продуктов указанным требованиям погрешность измерений может превышать значения, приведенные в таблице 4.

Таблица 5

Наименование продукта	Титруемая кислотность, ^{0}Т	Массовая доля жира, %	Массовая доля лактозы, %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ, %
Жидкие пресные молочные	12,0 - 20,0	2,5 - 5,0	3,0 - 5,5	10,0 - 16,0
Жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,5 - 5,0	3,5 - 4,5	10,0 - 16,0
Пастообразные	60,0 - 150,0	1,0 - 18,0	не нормируется	10,0 - 16,0

7.4 Выполнение измерений

7.4.1 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации инфракрасных анализаторов MilkoSkan FT 120. Проводят не менее трех измерений, число измерений задают и вычисляют соответствующее среднее значение.

7.4.2 Градуировку инфракрасного анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Характеристики образцов для градуировки

устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в ГОСТ 30648.2-99 "Продукты молочные для детского питания. Методы определения общего белка" (раздел 4).

7.4.3 Ежедневно проверку правильности градуировки анализатора проводят на образцах продуктов детского питания для градуировки перед проведением измерений. Если разность между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает 0,02% массовой доли белка, то проводят новую градуировку (п.7.4.2).

7.5 Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми не должно превышать:

для жидких пресных молочных продуктов - 0,02%;
для жидких кисломолочных продуктов - 0,04 %;
для пастообразных продуктов - 0,10 %.

При превышении значений допускаемых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При превышении указанного норматива проводят новый отбор образцов.

Результат анализа представляют в виде: (X, %).

Использование и хранение информации осуществляют в соответствии с разделами "Методы контроля" нормативно-технической документации конкретного вида продуктов детского питания.

8 Методика выполнения измерений массовой доли сухих обезжиренных веществ

8.1 Метод измерений

Метод заключается в измерениях ИК - спектра поглощения методом Фурье - спектроскопии с последующей обработкой характерных для аминов молока областей спектра.

8.2 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами погрешности, приведенными в таблице 6.

Таблица 6

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли сухих веществ, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли сухих веществ, ±, %
1	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	Жидкие пресные	10,0 - 16,0	0,40
1.2	Жидкие кисломолочные	10,0 - 16,0	0,40
2	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	Жидкие пресные	10,0 - 16,0	0,40
2.2	Жидкие кисломолочные	10,0 - 16,0	0,40
3	**Пастообразные продукты**		
3.1	Творожок детский	10,0 - 16,0	0,40

8.3 Требования к анализируемым продуктам

Требования к анализируемым продуктам изложены в таблице 7. При несоответствии продуктов указанным требованиям погрешность измерений может превышать значения, приведенные в таблице 6.

Таблица 7

Наименование продукта	Титруемая кислотность, °Т	Массовая доля белка, %	Массовая доля лактозы, %	Массовая доля жира, %
Жидкие пресные молочные	12,0 - 20,0	2,0 - 5,0	3,0 - 5,5	0,0 - 10,0
Жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,0 - 5,0	3,5 - 4,5	2,0 - 5,0
Пастообразные	60,0 - 150,0	6,0 - 10,0	не нормируется	1,0 - 18,0

8.4 Выполнение измерений

8.4.1 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120. Проводят не менее трех измерений, число измерений задают и вычисляют соответствующее среднее значение.

8.4.2 Градуировку инфракрасного анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в ГОСТ 30648.3-99 "Продукты молочные для детского питания. Методы определения влаги и сухих веществ" (разделы 4 и 5).

8.4.3 Проверку правильности градуировки анализаторов проводят на образцах продуктов детского питания для градуировки ежедневно перед проведением измерений. Если при этом разность между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает 0,10 % массовой доли сухих веществ, то проводят новую градуировку (п.8.4.2).

8.5 Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми не должно превышать:

для жидких пресных молочных продуктов - 0,10%;
для жидких кисломолочных продуктов - 0,20%;
для пастообразных - 0,20%.

При превышении значений допускаемых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива проводят новый отбор образцов.

Результат анализа представляют в виде: (X, %).

Использование и хранение информации осуществляют в соответствии с разделами "Методы контроля" нормативно-технической документации конкретного вида продуктов детского питания.

9 Методика выполнения измерений массовой доли лактозы

9.1 Метод измерений

Метод заключается в измерениях ИК - спектра поглощения методом Фурье - спектроскопии с последующей обработкой характерных для аминов молока областей спектра.

9.2 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами погрешности, приведенными в таблице 8.

Таблица 8

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли лактозы, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли лактозы, ±, %
1	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	Жидкие пресные	3,0 - 5,5	0,30
1.2	Жидкие кисломолочные	3,5 - 4,5	0,30
2	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	Жидкие пресные	3,0 - 5,5	0,30
2.2	Жидкие кисломолочные	3,5 - 4,5	0,30

9.3 Требования к анализируемым продуктам

Требования к анализируемым продуктам изложены в таблице 9. При несоответствии продуктов указанным требованиям погрешность измерений может превышать значения, приведенные в таблице 8.

Таблица 9

Наименование продукта	Титруемая кислотность, °Т	Массовая доля белка, %	Массовая доля жира, %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ, %
Жидкие пресные молочные	12,0 - 20,0	2,0 - 5,0	0,0 - 10,0	10,0 - 16,0
Жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,0 -5,0	2,0 - 5,0	10,0 - 16,0

9.4 Выполнение измерений

9.4.1 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120. Проводят не менее трех измерений, число измерений задают и вычисляют соответствующее среднее значение.

9.4.2 Градуировку инфракрасного анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений массовой доли лактозы в образцах для градуировки, приведенной в приложении к настоящей рекомендации.

9.4.3 Проверку правильности градуировки анализаторов проводят на образцах продуктов детского питания для градуировки ежедневно перед проведением измерений. Если при этом разность между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает 0,10 % массовой доли лактозы, то проводят новую градуировку (п.9.4.2).

9.5 Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми не должно превышать:

для жидких пресных молочных продуктов - 0,10 %;

для жидких кисломолочных продуктов - 0,10 %;

При превышении значений допускаемых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива проводят новый отбор образцов.

Результат анализа представляют в виде: (X, %).

Использование и хранение информации осуществляют в соответствии с разделами "Методы контроля" нормативно-технической документации конкретного вида продуктов детского питания.

10 Методика выполнения измерений кислотности

10.1 Метод измерений

Метод заключается в измерениях ИК - спектра поглощения методом Фурье - спектроскопии, характерных для молочной кислоты областей спектра, с последующей обработкой информации для представления результатов в условных единицах кислотности молочной продукции - градусах Тернера (°Т).

10.2 Диапазоны и нормы погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами погрешности, приведенными в таблице 10.

Таблица 10

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения кислотности, °Т	Пределы абсолютной погрешности измерений кислотности, ±, °Т
1	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	Жидкие пресные	12,0 - 20,0	2,0
1.2	Жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,1
2	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	Жидкие пресные	16,0 - 22,0	2,0
2.2	Жидкие кисломолочные	60,0 - 90,0	2,1
3	**Пастообразные продукты**		
3.1	Творожок детский	60,0 - 150,0	3,8

10.3 Требования к анализируемым продуктам

Требования к анализируемым продуктам изложены в таблице 11. При несоответствии продуктов указанным требованиям погрешность измерений может превышать значения, приведенные в таблице 10.

Таблица 11

Наименование продукта	Массовая доля жира, %	Массовая доля белка, %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ, %	Массовая доля лактозы, %
Жидкие пресные молочные	0,0 - 10,0	2,0 - 5,0	10,0 - 16,0	3,0 - 5,5
Жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	2,0 - 5,0	10,0 - 16,0	3,5 - 4,5
Пастообразные	1,0 - 18,0	6,0 - 10,0	10,0 - 16,0	не нормируется

10.4 Выполнение измерений

10.4.1 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120. Проводят не менее трех измерений, число измерений задают и вычисляют соответствующее среднее значение.

10.4.2 Градуировку инфракрасного анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в ГОСТ 3624-92 "Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности".

10.4.3 Проверку правильности градуировки анализаторов проводят на образцах продуктов детского питания для калибровки ежедневно перед проведением измерений. Если при этом разность между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает 0,5 °Т, то проводят новую градуировку (п.10.4.2).

10.5 Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, расхождение между которыми не должно превышать:

для жидких пресных молочных продуктов - 2,0 °Т;
для жидких кисломолочных продуктов - 2,2 °Т;
для пастообразных - 3,8 °Т.

При превышении значений допускаемых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива проводят новый отбор образцов.

Результат анализа представляют в виде: (X, °Т).

Использование и хранение информации осуществляют в соответствии с разделами "Методы контроля" нормативно-технической документации конкретного вида продуктов детского питания.

Приложение

Методика выполнения измерений массовой доли лактозы в образцах для градуировки

1 Методика предназначена для градуировки анализатора MilkoSkan FT 120 при измерениях массовой доли лактозы в продуктах детского питания в соответствии с таблицей 8 настоящей рекомендации.

2 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

2.1 Сахариметр универсальный типа СУ-3 или СУ-4 с кюветами длиной 400 мм.
2.2 Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 160 г по ГОСТ 24104.
2.3 Стаканы типа В и Н исполнения 1 и 2, вместимостью 100 $см^3$, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336.
2.4 Колбы типа Кн исполнения 1 и 2, вместимостью 250 $см^3$, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336.
2.5 Пипетки исполнения 1 и 2; 1 и 2-го классов точности, вместимостью 5 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29169.
2.6 Воронки типа В диаметром 36, 75, 100 мм; из стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.
2.7 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
2.8 Калий железистосинеродистый (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х.ч. или ч.д.а., раствор массовой концентрации 150 $г/дм^3$.
2.9 Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч.д.а., раствор массовой концентрации 300 $г/дм^3$.
2.10 Калий иодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а.
2.11 Калий бромноватокислый ($KBrO_3$) по ГОСТ 4457, ч.д.а., $с(KBrO_3)$=0,2 $моль/дм^3$ (0,2 н) раствор.
2.12 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., с(HCl)=4 $моль/дм^3$ (4 н) раствор.
2.13 Натрий серноватокислый (тиосульфат натрия), с=0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н) раствор (стандарт титр) по ГОСТ 27068.
2.14 Крахмал растворимый по ГОСТ 7699, 1% раствор.
2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3 Проведение измерений

3.1 В стакан вместимостью 100 $см^3$ взвешивают 33,00 г продукта с записью результата до второго десятичного знака (нормальная навеска при определении лактозы). Пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, ополаскивая стакан несколько раз дистиллированной водой, доводя ее количество до половины объема колбы. Для осаждения белков и жира в колбу приливают по 5 $см^3$ растворов уксуснокислого цинка и железистосинеродистого калия. Для продуктов с массовыми

долями жира свыше 10 % объемы добавляемых растворов следует увеличить в 1,5 - 2 раза с соответствующим уменьшением объема воды.

Содержимое колбы после добавления каждого реактива осторожно перемешивают, не встряхивая во избежание образования пузырьков воздуха. Затем прибавляют в колбу пипеткой 25 $см^3$ 0,2 моль/$дм^3$ (0,2н) раствора бромноватокислого калия и осторожно перемешивают. Содержимое колбы доводят до метки водой и тщательно перемешивают, сильно встряхивая. Через 5 - 10 минут фильтруют через складчатый фильтр в сухую коническую колбу вместимостью 250 $см^3$.

Полученный фильтрат поляризуют в поляриметрической трубке длиной 400 мм. Отсчет проводят 3 раза, результат первого измерения не учитывают; для вычислений берут среднее арифметическое значение результатов наблюдений.

3.2 Массовую долю лактозы в продукте вычисляют по формуле

$$L(\%) = \frac{P}{2} \times K,$$

где L - массовая доля лактозы в продукте, %;

P - показания сахариметра, %;

K -поправка на объем осадка, определяемая по п. 3.4 приложения.

3.3 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,2 %.

3.4 Для определения поправки на объем осадка 25 $см^3$ фильтрата по п. 3.1 пипеткой наливают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Добавляют (0.60±0,01) г йодистого калия и 6 $см^3$ с(HCl)=4 моль/$дм^3$ (4 н) раствора соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) до перехода окрашивания титруемого раствора из бурого в желтоватый, после чего в колбу добавляют 1 $см^3$ 1% раствора крахмала и титруют дальше до исчезновения синего окрашивания.

Поправку на объем образовавшегося остатка в мерной колбе при осветлении раствора рассчитывают по формуле

$$K = \frac{12,5}{V},$$

где V - количество 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, $см^3$;

12,5 - величина при концентрации $KBrO_3$ точно 0,2 моль/$дм^3$ (0,2 н), $см^3$.

Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли лактозы: ± 0,1%.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 105-06-00

ОБ АТТЕСТАЦИИ

Методик выполнения измерений массовых долей жира, белка, лактозы, сухих веществ и кислотности в продуктах детского питания с применением инфракрасного анализатора MilkoSkan FT 120

Методики выполнения измерений, разработанные ВНИИ метрологической службы и ВНИИ молочной промышленности и применяемые для измерения массовых долей жира, белка, сухих веществ и кислотности в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах, детских пастообразных продуктах и массовой доли лактозы в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах аттестованы в соответствии с ГОСТ Р.8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов разработки и экспериментальных исследований метрологических характеристик методик выполнения измерений массовых долей жира, белка, сухих веществ и кислотности в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах, детских пастообразных продуктах и массовой доли лактозы в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах.

В результате аттестации установлено, что Методики выполнения измерений массовых долей жира, белка, сухих веществ и кислотности в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах детских пастообразных продуктах и массовой доли лактозы в адаптированных и неадаптированных детских молочных продуктах соответствуют предъявляемым к ним метрологическим требованиям и обладают следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении к настоящему Свидетельству (таблицы 1-5).

Директор ВНИИМС А.И. Асташенков

Начальник сектора Н.П. Миф

Приложение
к **Свидетельству № 105-06-00**

1. Диапазоны и погрешности измерений
Методики выполнения измерений массовой доли жира

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли жира, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли жира, ±, %
1.	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	жидкие пресные	0,0 - 10,0	0,12
1.2	жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,09
2.	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	жидкие пресные	0,0 - 10,0	0,12
2.2	жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,09
3.	**Пастообразные продукты**		
3.1	творожок детский	1,0 - 18,0	0,30

2. Диапазоны и погрешности измерений
Методики выполнения измерений массовой доли белка

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли белка, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли белка, ±, %
1.	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	жидкие пресные	2,0 - 5,0	0,15
1.2	жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,15
2.	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	жидкие пресные	2,0 - 5,0	0,15
2.2	жидкие кисломолочные	2,0 - 5,0	0,15
3.	**Пастообразные продукты**		
3.1	творожок детский	2,0 - 5,0 5,0 - 8,0	0,25 0,35

Директор ВНИИМС А.И. Асташенков

Начальник сектора 105 Н.П. Миф

Приложение
к **Свидетельству № 105-06-00**

3. Диапазоны и погрешности измерений Методики выполнения измерений массовой доли сухих обезжиренных веществ

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в таблице 3.

Таблица 3

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли сухих веществ, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли сухих веществ, ±, %
1.	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	жидкие пресные	10,0 - 16,0	0,40
1.2	жидкие кисломолочные	10,0 - 16,0	0,40
2.	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	жидкие пресные	10,0 - 16,0	0,40
2.2	жидкие кисломолочные	10,0 - 16,0	0,40
3.	**Пастообразные продукты**		
3.1	творожок детский	10,0 - 16,0	0,40

4. Диапазоны и погрешности измерений Методики выполнения измерений массовой доли лактозы

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в таблице 4.

Таблица 4

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли лактозы, %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли лактозы, ±, %
1.	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	жидкие пресные	3,0 - 5,5	0,30
1.2	жидкие кисломолочные	3,5 - 4,5	0,30
2.	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	жидкие пресные	3,0 - 5,5	0,30
2.2	жидкие кисломолочные	3,5 - 4,5	0,30

Директор ВНИИМС А.И. Асташенков

Начальник сектора 105/3 Н.П. Миф

Приложение
к Свидетельству № 105-06-00

5. Диапазоны и погрешности измерений Методики выполнения измерений кислотности

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в таблице 5.

Таблица 5

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения кислотности, °Т	Пределы абсолютной погрешности измерений кислотности, ±, °Т
1.	**Адаптированные молочные смеси**		
1.1	жидкие пресные	12,0 - 20,0	2,0
1.2	жидкие кисломолочные	50,0 - 90,0	2,1
2.	**Неадаптированные молочные продукты**		
2.1	жидкие пресные	16,0 - 22,0	2,0
2.2	жидкие кисломолочные	60,0 - 90,0	2,1
3.	**Пастообразные продукты**		
3.1	творожок детский	60,0 - 150,0	3,8

Директор ВНИИМС А.И. Асташенков

Начальник сектора 105/3 Н.П. Миф

gost.e-ecolog.ru