ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
(ВНИМИ)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИИМС
А.Н. Арташенков
_____ 1999 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИМИ
В.Д. Харитонов
_____ 1999 г.

Р Е К О М Е Н Д А Ц И Я

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Массовая доля лактозы в молоке и молочных продуктах.
Методика выполнения измерений
с применением инфракрасных анализаторов MilkoSkan

МИ 2541 - 99

Москва
1999

gost.e-ecolog.ru

Методика
выполнения измерений массовой доли лактозы
в молоке и молочных продуктах

Настоящая методика предназначена для измерения массовой доли лактозы в молоке и сливках (сырых, пастеризованных, стерилизованных, топленых, восстановленных, регенерированных), простокваше, ряженке, сметане, йогурте, без твердых включений, кроме указанных продуктов с сахаром, фруктовыми и другими пищевыми наполнителями с применением инфракрасных анализаторов MilkoSkan.

При наличии инфракрасных анализаторов MilkoSkan на предприятии методика включается в Раздел "Методы контроля" соответствующих технических условий.

При разработке и пересмотре государственных стандартов настоящая методика включается в соответствующий раздел государственного стандарта.

1. Диапазоны и погрешности измерений

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 лактозы %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли лактозы, ±, %
1.	молоко сырое	4,0 - 5, 0	0,20
2.	молоко пастеризованное, стерилизованное и топленое	4,0 - 6,0	0,20
3.	сливки	4,0 - 5,0	0,20
4.	простокваша, ряженка, йогурт	2,5 - 5,5	0,20
5.	сметана	2,5 - 3,5	0,20

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

2.1 Инфракрасные анализаторы MilkoSkan моделей. Характеристики анализаторов приведены в Таблице 2

Модель	Пределы измерений массовой доли лактозы, %	*Относительное среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений, %	Производительность, проб молока в час
255 A/B**, 605 B**, 605 A/B**	2 - 10	1,0	250 360 360
S 52 B, S 53 B	2 - 20	1,0	-
S 54 B	2 - 20	1,0	50
132A, 133A, 133B, 134A/B	2 - 20	1,0	125 125 125
302**, 303**, 304**	2 - 10	1,0	200 300 360
FT 120	0 - 50	1,0	120

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

** Модели 255 A/B, 605 B, 605 A/B, 302, 303 и 304 используются для анализа только молока.

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

2.3 Ложка или шпатель

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

2.5 Стаканы В - 1 - 100 ТС ГОСТ 25336

2.6 Вода дистиллированная ГОСТ 6709

2.7 Моющие средства

Примечание. Допускается использование анализаторов MilkoSkan моделей, имеющих пределы измерений и относительное среднее квадратичное отклонение не хуже указанных. Допускается применение технических средств по п.п 2.2, 2.4 и 2.5, имеющих технические характеристики не хуже указанных.

3. Метод измерений

Метод заключается в измерении интенсивности оптического излучения, прошедшего через кювету с исследуемым образцом молока или молочного продукта в инфракрасной области спектра с полосой поглощения 9,5 мкм.

Инфракрасные анализаторы молока и молочных продуктов MilkoSkan представляет собой приборы с полностью автоматизированным процессом измерения и обработки результатов и измеряют массовую долю лактозы и других компонентов.

4. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующее:

- 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.

5. Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений может проводить специалист, прошедший инструктаж, изучивший Инструкцию по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoSkan, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха (10 - 35)° С;
атмосферное давление (630-800) мм рт.ст.;
относительная влажность воздуха <80 % (периодически допускается до 93%);
напряжение в сети (195 - 260) В

7. Требования к анализируемым продуктам

Анализируемые продукты должны соответствовать требованиям, изложенным в Таблице 3. При несоответствии продуктов указанным требованиям, погрешность измерений может превышать значения, приведенные в Таблице 1.

Таблица 3

Наименование продукта	Титруемая кислотность °Т	Массовая доля белка %	Массовая доля жира %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ %
молоко	16 - 22	2,8 - 5,0	1,0 - 6,0	7,8 - 12,0
сливки	16 - 22	2,5 - 3,5	10,0 - 3 5, 0	7,5 - 12,0
простокваша, ряженка, йогурт	60 - 140	2,8 - 5,0	1,0 - 10,0	6,3 - 12,0
сметана	60 - 90	2,8 - 4,5	10,0 - 30,0	6,0 - 7,5

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Отбор проб молока и молочных продуктов осуществляется в соответствии с ГОСТ 13928-84 "Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу" и ГОСТ 26809-86 "Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу".

8.2 Подготовка проб к измерениям.

8.2.1 Испытуемые образцы молока перед проведением измерений должны быть тщательно перемешаны шпателем или ложкой, пробы молока в потребительской таре перемешаны многократным переворачиванием упаковки.

8.2.2 Сливки перед испытанием тщательно перемешивают ложкой или шпателем, сливки в потребительской таре перемешивают многократным переворачиванием упаковки и затем ложкой или шпателем. После чего сливки нагревают на водяной бане при постоянном перемешивании до $(40 \pm 5)^0$ С.

8.2.3 Образцы йогурта и сметаны нагревают в потребительской таре на водяной бане до температуры $(40 \pm 5)^0$ С, затем из потребительской тары полностью переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 $мин^{-1}$ в течение 1 - 3 минут до получения однородной массы. Измерения проводят сразу после гомогенизации.

8.3 Подготовку приборов к измерениям осуществляют в соответствии с Инструкцией по эксплуатации конкретного типа анализаторов MilkoSkan.

9 Выполнение измерений

9.1 Измерения проводят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации инфракрасных анализаторов MilkoSkan. Проводят не менее 3-х измерений, результат первого измерения не учитывают кроме модели FT 120, в которой задается число измерений и вычисляется соответствующее среднее значение.

9.2 Градуировку инфракрасных анализаторов проводят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации приборов. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в приложении настоящей методики.

9.3 Проверку правильности градуировки анализаторов проводят на образцах молока ежедневно перед проведением измерений. Если при этом разница между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает удвоенное значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений, указанное в таблице 2, то проводят новую градуировку (п.9.2).

9.4. Образцы молока и сливок для градуировки консервируют в соответствии с Инструкцией по эксплуатации анализаторов и хранят образы молока - не более 10 дней, сливок - не более 5 дней, сметаны и жидких кисломолочных продуктов - не более 2 дней.

10. Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из 2-х наблюдений, расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %.

При превышении значений допустимых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины и устраняют их, при необходимости проводят новую градуировку.

Результат анализа представляют в виде: (X, %)

Результаты измерений заносят в журнал в соответствии с "Инструкцией по техническому контролю на предприятиях молочной промышленности".

Приложение
(обязательное)

Методика определения массовой доли лактозы

1. Методика предназначена для градуировки анализаторов MilkoSkan при измерении массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах в соответствии с Таблицей 1 методики.

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 класса точности с наибольшим пределом взвешивания160 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 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.; 0,2 н раствор
2.12 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а.; 4 н раствор
2.13 Натрий серноватокислый (тиосульфат натрия) 0,1 н раствор (стандарт титр) по нд
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 точностью до 0,01 г (нормальная навеска при определении лактоза). 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 н 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, ° сахарной шкалы;

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

3.3 За окончательный результат приминают 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. 2.1 пипеткой наливают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Добавляют (0.60±0,01) г йодистого калия и 6 $см^3$ 4 н раствора соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и титруют 0,1 раствором тиосульфата натрия 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 н раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование;

12,5 - величина при концентрации $KBrO_3$ точно 0,2 н.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

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

АТТЕСТОВАНА ВНИИМС Свидетельство N 105 - 03 - 99

УТВЕРЖДЕНА ВНИИМС и ВНИМИ

ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС

Обозначение документа	Пункт рекомендации
ГОСТ 12.1.004	4
ГОСТ 12.4.009	4
ГОСТ 6709	2.6, приложение
ГОСТ 3118	приложение
ГОСТ 4207	приложение
ГОСТ 4232	приложение
ГОСТ 5823	приложение
ГОСТ 7699	приложение
ГОСТ 12026	приложение
ГОСТ 13928	8.1
ГОСТ 24104	приложение
ГОСТ 25336	2.5, приложение
ГОСТ 26809	8.1
ГОСТ 29169	приложение

gost.e-ecolog.ru