ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
(ВНИМИ)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИИМС
В.И. Асташенков
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 жира в молоке и молочных продуктах.
Методика выполнения измерений
с применением инфракрасных анализаторов MilkoSkan**

МИ 2519 - 99

Москва
1999

gost.e-ecolog.ru

Методика
выполнения измерений массовой доли жира
в молоке и молочных продуктах

Настоящая методика предназначена для измерения массовой доли жира в молоке и сливках (сырых, пастеризованных, стерилизованных, топленых, восстановленных, регенерированных), кисломолочных продуктах (простокваше, ряженке сметане, йогурте), без твердых включений, включая продукты 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 жира %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли жира, ±, %	
			Модели анализаторов с относительным СКО результата наблюдений (Таблица 2)	
			1,5 %	1 %
1.	молоко	1,0 - 6,0	0,13	0,12
2.	сливки	10,0 - 35,0	0,8	0,7
3.	кисломолочные продукты	1,0 - 5,0 5,0 - 10,0	0,13 0,18	0,11 0,14
4.	сметана	10,0 - 30,0	0,6	0,5

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

2.1 Инфракрасные анализаторы MilkoSkan. Характеристики анализаторов приведены в Таблице 2

Таблица 2

Модель	Пределы измерений массовой доли жира, %	*Относительное среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений, %	Производительность, проб молока в час
255 A/B**, 605 B**, 605 A/B**	2 - 10	F_a=1,5; F_b=1,0 1,0 F_a=1,5; F_b=1,0	250 360 360
S 52 B, S 53 B	0 - 50	1,0 1,0	50 50
S 54 B	0 - 50	1,0	50
132A, 133A, 133B, 134A/B	0 - 50	1,5 1,5 1,0 Fa 1,5; Fb 1,0	125 125 125 125
302**, 303**, 304**	2 - 10	1,5 1,5 1,5	200 300 360
FT 120	0 - 60	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 от 3 до 10 нм.

Инфракрасные анализаторы молока и молочных продуктов MilkoSkan представляет собой приборы с полностью автоматизированным процессом измерения и обработки результатов и измеряют массовую долю жира 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 ^{0}Т	Массовая доля белка %	Массовая доля лактозы %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ %
молоко	16 - 22	2,8 - 6,0	4,0 - 6,0	7,0 - 12,0
сливки	16 - 22	2,5 - 3,5	4,0 - 5, 0	7,5 - 12,0
кисломолочные продукты	60 - 140	2,8 - 5,0	2,5 - 5,5	6,3 - 12,0
сметана	60 - 90	2,8 - 4,5	2,5 - 3,5	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 перемешивают 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±5) ^{0}C.

8.2.3 Образцы йогурта и сметаны нагревают в потребительской таре на водяной бане до температуры (40 ± 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 образцов.

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 на всех моделях, 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 ГОСТ 22760 - 77 "Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира". При массовых анализах допускается определение характеристик образцов для градуировки с использованием кислотного метода по ГОСТ 5867 - 90 "Молоко и молочные продукты. Методы определения жира" при условии, что за результат измерения принимают среднее из 4-х определений расхождение между любым из них и средним значением не превышает 0,05 % и периодически, не реже одного раза в две недели проверяют получаемые характеристики по ГОСТ 22760-77.

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 образцы молока - не более 10 дней, сливок - не более 5 дней, образцы 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:

для молока и кисломолочных продуктов - 0,05 %

для сливок и сметаны - 0,5 %.

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".

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 -01 -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
ГОСТ 13928	8.1
ГОСТ 22760	9.2
ГОСТ 25336	2.5
ГОСТ 26809	8.1

gost.e-ecolog.ru