МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32255 — 2013

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 Секретариатом ТК 470/МТК 532 «Молоко и продукты переработки молока», Российским союзом предприятий молочной отрасли, ООО «Научно-технический комитет «Молочная индустрия» при участии ООО «ФОСС-Электрик»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 470)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44–2013)

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	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1923-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32255–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 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, 2014

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

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Milk and milk products. Instrumental express-method for determination of physic-chemical identification parameters by infrared analyzer

Дата введения – 2015 – 07 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает количественный инструментальный экспресс-метод определения массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ в коровьем молоке и молочных продуктах из коровьего молока, установленных в разделе 3, с применением инфракрасного анализатора методом инфракрасной спектрометрии.

Метод предназначен для оперативного производственного контроля.

Диапазоны измерения показателей: массовая доля белка – 0,5 % – 5,0 %, жира – 0,05 % – 30,0 %, лактозы – 1,0 % – 6,0 %, сухих веществ – 2,0 % – 15,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

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

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

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

ГОСТ 4207–75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5823–78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2–водный. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 22760–77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира

ГОСТ 23327–78 Молоко. Методы определения общего белка

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26809–86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

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, установленные в [1], [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Продукты:** Молоко (сырое и питьевое), сливки (сырые и питьевые), жидкие кисломолочные и сквашенные продукты, напитки на основе молока и молочной сыворотки, восстановленное молоко и продукты на основе восстановленного молока.

3.2 **Инфракрасный анализатор, работающий в средней инфракрасной области спектра (2,0–11,0 мкм):** Прибор с автоматизированным процессом измерения и обработки результатов, позволяющий проводить экспресс-анализ физико-химических показателей идентификации молока и жидких молочных продуктов методом инфракрасной спектроскопии поглощения.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности оптического излучения, отраженного от исследуемого образца или поглощенного исследуемым образцом, в инфракрасном диапазоне длин волн от 0,4 до 11,0 мкм и последующем пересчете полученной интенсивности в значения массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ с помощью градуировочных моделей, полученных по набору образцов с известными значениями этих физико-химических показателей, установленных стандартизованными методами.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Инфракрасные анализаторы, позволяющие проводить автоматизированное определение массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ в молоке и молочных продуктах в спектральном диапазоне от 0,4 до 11,0 мкм, снабженные специализированным программным обеспечением для установления градуировочной модели и обработки результатов измерении. Перечень рекомендуемых анализаторов приведен в приложении А;

персональный компьютер;

термометр жидкостной стеклянный, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С по ГОСТ 28498;

баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (65 ± 2)° С;

стаканы В-1-100 ТС по ГОСТ 25336;

Издание официальное

устройство измельчающее с диаметром решетки 2 мм, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией;

сито с ячейками размером 0,2 мм;

ложка или шпатель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования и материалов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше и позволяющих проводить измерения в соответствии с положениями, установленными настоящим стандартом.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха .....(25 ± 10) °С;

относительная влажность воздуха.....(55 ± 25) %;

атмосферное давление.....(95 ± 10) кПа;

частота переменного тока.....(50 ± 5) Гц;

напряжение в сети.....(220 ± 10) В.

7 Отбор проб исследуемого продукта

Отбор проб – по ГОСТ 26809.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка проб

8.1.1 Испытуемые образцы молока перед проведением измерений на инфракрасном анализаторе, работающем в средней инфракрасной области спектра, должны быть тщательно перемешаны шпателем или ложкой; пробы молока в потребительской упаковке перемешивают многократным переворачиванием упаковки.

8.1.2 Жидкие продукты тщательно перемешивают ложкой или шпателем, сливки в потребительской упаковке перемешивают многократным переворачиванием упаковки, затем ложкой или шпателем. Сырое молоко нагревают на водяной бане при постоянном перемешивании до температуры (40 ± 5) °С. Если в образцах находятся добавки в виде твердых включений, например, орехов, фруктов, злаков и пр., такие образцы следует фильтровать через прилагаемое к анализаторам сито (размер ячеек 0,2 мм) или аналогичное.

8.1.3 Вязкие кисломолочные и сквашенные продукты, молочные десерты при анализе на инфракрасном анализаторе, работающем в средней инфракрасной области спектра, разводят дистиллированной водой в соотношении 1:1,3, тщательно перемешивают ложкой или шпателем и нагревают на водяной бане до температуры (40 ± 5) °С.

8.1.4 Подготовку проб сухих продуктов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 29245 (пункт 3.4).

8.1.5 Подготовку инфракрасного анализатора к измерениям проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора, именуемой далее «Инструкция».

8.2 Градуировка анализатора

8.2.1 Базовые градуировки инфракрасного анализатора для измерения различных показателей являются частью программного обеспечения прибора и не требуют коррекции в случае, если показания анализатора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2 в части показателей: «предел повторяемости», «предел воспроизводимости» и «границы погрешности при указанных диапазонах измерения».

В случае, если показания анализатора не соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2, коррекции базовых градуировок проводятся в соответствии с Инструкцией и состоит из следующих операций:

- подготовка набора образцов для коррекции (набор 1, включающий не менее 10 образцов для коррекции одного параметра в одном продукте, из которых в процессе расчета следует использовать не менее 8);

- подготовка набора образцов для проверки откорректированной градуировки (набор 2, включающий не менее 10 образцов для проверки коррекции одного параметра в одном продукте, из которых в процессе расчета следует использовать не менее 8);

- анализ набора 1 и набора 2 стандартными методами по 8.2.2;

- анализ набора 1 на анализаторе;
- расчет поправочных коэффициентов для коррекции градуировочной модели, описывающих связь значений показателей, полученных стандартными методами и показателей, полученных на анализаторе;
- внесение поправочных коэффициентов в градуировочную модель;
- проверка откорректированной градуировочной модели при помощи анализа набора 2 на анализаторе.

Если в результате проведенной коррекции градуировки показания прибора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2 в части показателей: «предел повторяемости», «предел воспроизводимости» и «границы погрешности при указанных диапазонах измерения», градуировочная модель считается откорректированной, если не соответствуют – процедуру коррекции градуировок инфракрасного анализатора повторяют с новыми наборами образцов.

8.2.2 Образцы для коррекции градуировки представляют собой образцы продукта с известными значениями измеряемых показателей, установленными следующими методами:
- для измерения массовой доли белка – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 23327;
- для измерения массовой доли жира – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 22760;
- для измерения массовой доли лактозы – в соответствии с методикой, установленной в приложении Б;
- для измерения массовой доли сухого вещества – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 3626.

Образцы для коррекции базовых градуировок анализатора подбирают таким образом, чтобы значения массовой доли определяемых показателей в наборе для коррекции градуировки распределялись как можно более полно и равномерно, охватывая и перекрывая весь диапазон значений определяемого показателя. Диапазоны массовой доли показателей партии образцов для коррекции градуировки должны быть существенно шире диапазонов определяемых показателей (например, для питьевого молока с массовой долей жира от 2,5 % до 6,0 % необходимо, чтобы образцы для коррекции базовой градуировки имели диапазон значений массовой доли жира от 1,0 % до 8,0 %). Образцы сырого молока, содержащие более $1 \cdot 10^6$ соматических клеток в 1 $см^3$, не используются для коррекции.

8.2.3 Не реже 1 раза в 10 дней и перед началом работы рекомендуется проводить проверку градуировок анализатора в соответствии с Инструкцией. Проверка заключается в сравнении показателей прибора при анализах образца стерилизованного гомогенизированного молока из набора образцов для коррекции градуировки (далее – контрольный образец). В случае, если показания анализатора соответствуют требованиям, указанным в таблице 1 (значение предела повторяемости), то анализатор считается готовым к работе. Если показания анализатора не соответствуют указанным требованиям, то следует провести коррекцию градуировки по 8.2.2

8.2.4 При необходимости образцы для коррекции градуировки консервируют добавлением консерванта и хранят: молоко – не более 10 сут, сливки – не более 5 сут, другие жидкие продукты – не более 2 сут, вязкие продукты – не более 5 сут при температуре (4±2) °С. Если образцы для коррекции градуировки находятся в невскрытой заводской упаковке, то они хранятся при условиях и в течение сроков, определенных производителем.

9 Проведение измерений

Измерения проводят в соответствии с Инструкцией.

10 Обработка результатов измерений

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочных продуктов

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочных продуктов при P = 0,95 приведены для молока в таблице 1, для молочных продуктов – в таблице 2.

Таблица 1 – Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молока

Наименование показателя	Диапазон измерения показателя	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Пределы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
Массовая доля белка, %	от 0,5 до 5,0	0,05	0,16	0,11
Массовая доля жира, %	от 0,05 до 6,0	0,05	0,17	0,12
Массовая доля лактозы, %	от 1,0 до 6,0	0,05	0,28	0,20
Массовая доля сухих веществ, %	от 2,0 до 15,00	0,10	0,42	0,30

Таблица 2 – Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молочных продуктов

Наименование показателя	Диапазон измерения показателя	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Пределы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
Массовая доля белка, %	от 2,5 до 5,00	0,15	0,35	0,25
Массовая доля жира, %	от 1,0 до 6,0	0,10	0,17	0,12
Массовая доля жира, %	св. 6,0 до 10,0	0,12	0,20	0,14
Массовая доля жира, %	св. 10,0 до 30,0	0,15	0,70	0,50
Массовая доля лактозы, %	от 3,0 до 5,5	0,20	0,43	0,30

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 – значения двух параллельных определений массовой доли показателя, полученные в условиях повторяемости;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1, 2.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений исследуемых продуктов, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 – значения двух измерений показателя идентификации исследуемых продуктов, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R – предел воспроизводимости, значения которого приведены в таблицах 1, 2.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

12 Оформление результатов

Окончательный результат определения физико-химических показателей молочных продуктов в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$A = X_{ср.} \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0,95,$$

где $X_{ср}$ – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений;

Δ – границы абсолютной погрешности измерений, % (таблицы 1, 2).

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

– помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;

– требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;

– требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

14 Требования к оператору

Выполнение измерений должен проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Инструктаж специалиста по работе с инфракрасным анализатором проводит представитель компании – производителя инфракрасных анализаторов.

Приложение А

(справочное)

Рекомендуемые инфракрасные анализаторы для контроля молока и молочных продуктов[1]

А.1 Рекомендуемые инфракрасные анализаторы для контроля молока и молочных продуктов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование продукта	Наименование определяемых показателей для анализаторов		
	MilkoScan Minor	MilkoScan FT120, MilkoScan FT1, MilkoScan FT2	MilkoScan 4000, MilkoScan FT+
Молоко	Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ	Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ	Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ
Кисломолочные и сквашенные продукты, молочные десерты, сгущенные молоко и сливки (в том числе с сахаром)	Не определяет	Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ	Не определяет

[1] При проведении анализов контроля молока и молочных продуктов следует использовать типы инфракрасных анализаторов, допущенных к применению в установленном порядке в странах, принявших стандарт.

Приложение Б

(обязательное)

Методика определения массовой доли лактозы поляриметрическим методом для градуировки инфракрасных анализаторов при измерении массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах

Б.1 Сущность метода

Метод основан на поляриметрическом определении содержания лактозы после осаждения белков и жиров уксуснокислым цинком и железистосинеродистым калием.

Метод применяется для молока и молочных продуктов, не содержащих сахарозу.

Б.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Сахариметр универсальный диапазоном измерения угла вращения плоскости поляризации при длине волны 589,3 нм от минус 40 °S до плюс 130 °S, пределом абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,05, со стеклянными кюветами длиной 200 и 400 мм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ 24104, ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы 1-100-2, 2-100-2, 1-200-2, 2-200-2, 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Воронки типа В, диаметром 36, 75, 100 мм, из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250, Кн-2-250 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. Д. а.

Калий железистосинеродистый 3-водный (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х. ч. Или ч. Д. а., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор молярной концентрации c (HCl) = 4,0 моль/дм^3.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5- водный ГОСТ 27068, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Цинк уксуснокислый 9-водный по ГОСТ 5823, ч. Д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Б.3 Подготовка к проведению измерений

Б.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (300,00 ± 0,01) г уксуснокислого цинка, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С – не более 3 мес.

Б.3.2 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (150,000 ± 0,001) г железистосинеродистого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 3 мес.

Б.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации *с* (HCl) = 4 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 300-400 см^3 дистиллированной воды и осторожно при перемешивании 340 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С – –не более 3 мес

Б.3.4 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации *с* ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3

Б.3.4.1 В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (24,800 ± 0,001) г тиосульфата натрия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, прибавляют (0,200 ± 0,001) г безводного углекислого натрия и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют также свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 1 мес.

Б.3.4.2 Определение массовой концентрации раствора серноватистокислого натрия

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой вносят 1–2 г йодистого калия, приливают 2–3 см^3 дистиллированной воды, затем прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, полученной разбавлением с дистиллированной водой в соотношении 1:5, вносят 20 см^3 раствора двухромовокислого калия (Б.3.6). Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, после чего титруют раствором серноватистокислого натрия (массовую концентрацию которого устанавливают), приливая его из бюретки вместимостью 25 см^3 постепенно при постоянном перемешивании. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, в колбу добавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала (Б.3.5) и 250–300 см^3 дистиллированной воды (для более точного определения окончания титрования). Затем титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого, обусловленного ионами трехвалентного хрома.

Массовую концентрацию (титр раствора) раствора серноватистокислого натрия C_1, в пересчете на сахарозу, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{0{,}0171 \cdot 20}{V_1} \qquad \text{(Б.1)}$$

где 0,0171 – массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

20 – объем раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см^3 раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

Б.3.5 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

(1,000 ± 0,001) г крахмала растворяют в 10 см^3 холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см^3 кипящей дистиллированной воды. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Приготовленный крахмал может быть пастеризован при температуре (85 ± 2) °С.

Срок хранения пастеризованного раствора крахмала при температуре (6 ± 2) °С – не более 1 мес.

Б.3.6 Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации *с* ($K_2Cr_2O_7$) = 0,017 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 4,9038 г двухромовокислого калия, предварительно перекристаллизованного и высушенного при температуре (158 ± 2) °С, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 1 мес.

Б.4 Проведение измерений

Б.4.1 Приготовление фильтрата

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (33,000 ± 0,001) г продукта, подготовленного в соответствии с разделом 7, и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, омывая стакан несколько раз дистиллированной водой, при этом объем дистиллированной воды должен составлять не более половины объема колбы.

Для осаждения белков и жиров в колбу прибавляют по 3 см^3 для сыворотки и сывороточных напитков и по 5 см^3 для остальных продуктов растворов уксуснокислого цинка (Б.3.1) и железистосинеродистого калия (Б.3.2).

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают, не допуская образования пузырьков. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при температуре (20 ± 2) °С.

Через 10 мин содержимое колбы фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

Фильтраты должны быть прозрачные.

Б.4.2 Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 мм.

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по три–пять отсчетов по шкале сахариметра. Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (Р) находят из 6–10 отсчетов.

Б.5 Обработка результатов измерений

Б.5.1 Массовую долю лактозы в твороге и творожных продуктах $X_{лак1}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле:

$$X_{лак1} = P_3 \cdot K_4, \qquad (Б.2)$$

где P_3 – среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, °S;

K_4 – поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

Б.5.2 Массовую долю лактозы в других молочных продуктах $X_{лак2}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле:

$$X_{лак2} = \frac{P_4}{2} \cdot K_5, \qquad (Б.3)$$

где P_4 – среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, °S;

K_5 – поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

Б.5.3 Определение поправки на объем осадка

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой приливают 25 см^3 фильтрата (Б.4.1). Добавляют (0,600 ± 0,001) г йодистого калия и 5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм^3 (Б.3.3). Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (Б.3.4). После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала (Б.3.5) и титруют до исчезновения синей окраски. Поправку на объем образовавшегося осадка ($K_{4(5)}$) в мерной колбе при осветлении раствора вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до первого десятичного знака по формуле

$$K_{4(5)} = \frac{12,5}{V_9}, \qquad (Б.4)$$

где 12,5 – эмпирический коэффициент пересчета;

V_9 – количество раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедшее на титрование, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

Б.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания лактозы при P = 0,95 приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
0,5 – 2,0	0,2	0,4	0,3
2,0 – 50,0	0,4	0,9	0,7

Библиография

[1] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[2] ТР ТС 033/2013 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности молока и молочной продукции»

УДК 637.12.04/.07:006.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, продукты молочные, инфракрасный анализатор, инструментальный экспресс-метод анализа, массовая доля белка, массовая доля жира, массовая доля лактозы, массовая доля сухого обезжиренного вещества

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1964.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

Изменение № 1 ГОСТ 32255—2013 Молоко и молочные продукты. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 90-П от 31.08.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12581

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Наименование стандарта. Заменить слова: «молочные продукты» на «молочная продукция».

Раздел 1. Первый абзац после слова «лактозы» дополнить словом: «,влаги»;

заменить слова: «молочных продуктах» на «молочной продукции»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Диапазоны измерения показателей: массовая доля белка от 1,5 % до 28,0 %, жира от 0,5 % до 42,0 %, лактозы от 3 % до 5,5 %, влаги от 25,0 % до 85,0 %, сухих веществ от 9,0 % до 55,0 %».

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — **;

дополнить сноской:

«** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009»;

исключить ссылки: ГОСТ 3624—92, ГОСТ 26809—86 и их наименования;

ссылку на ГОСТ 3626—73 дополнить знаком сноски — ***;

дополнить сноской:

«*** В Российской Федерации действуют: ГОСТ Р 54668—2011 «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества», ГОСТ Р 55063—2012 «Сыры и сыры плавленые. Правила приемки, отбор проб и методы контроля, ГОСТ Р 55361—2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля»;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-6—2003 дополнить знаком сноски — *4;

дополнить сноской:

«*4 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725.6—2002»;

заменить ссылку: ГОСТ 23327—78 на «ГОСТ 23327—98*5 Молоко и молочные продукты. Метод измерения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка.

*5 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53951—2010 «Продукты молочные, молочные составные и молокосодержащие. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля»;

ссылку на ГОСТ 24104—2001 дополнить знаком сноски — *6;

дополнить сноской:

«*6 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ ИСО 5725-1—2003*7 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

*7 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725.1—2002.

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 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты».

Пункты 3.1, 3.2 изложить в новой редакции:

«3.1 **продукты:** Молоко (сырое и питьевое), сливки (сырые и питьевые), жидкие кисломолочные и сквашенные продукты, напитки на основе молока и молочной сыворотки, творог и творожные продукты, сметана и сметанные продукты, сыры и сырные продукты.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

3.2 **инфракрасный анализатор (ИК-анализатор):** Прибор экспресс-анализа, предназначенный для определения показателей качества молока и молочной продукции методом инфракрасной спектроскопии поглощения в инфракрасной области спектра от 0,4 мкм до 11,0 мкм».

Раздел 4. После слова «лактозы» дополнить словом: «,влаги».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

ИК-анализатор, позволяющий проводить автоматизированное определение массовой доли белка, жира, лактозы, влаги и сухих веществ в молоке и молочной продукции в спектральном диапазоне от 0,4 мкм до 11,0 мкм, включающий программное обеспечение для установления градуировочной модели и обработки результатов измерений;

термометр жидкостной стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1,0 °С по ГОСТ 28498;

часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752;

баня водяная термостатируемая;

гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей 1000—10000 $мин^{-1}$, включающего емкость вместимостью 0,5—1,0 $дм^3$;

стаканы В-1—100, В-1—600 ТС по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—500—24/29 ТС ГОСТ 25336;

устройство измельчающее с диаметром решетки 2 мм, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией;

сито с размером ячеек 0,2 мм;

ложка или шпатель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не уступающих перечисленным выше и позволяющих проводить измерения в соответствии с положениями, установленными настоящим стандартом».

Раздел 7 изложить в новой редакции:

«**7 Отбор проб исследуемого продукта**

Отбор проб — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26809.2.

Если определение не может быть проведено сразу после отбора проб, то пробы хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 48 ч».

Подраздел 8.1 изложить в новой редакции:

«8.1 Подготовка проб

8.1.1 Молоко сырое и жидкие негомогенизированные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, нагревают для растворения жира на водяной бане до температуры (40 ± 2) °С, после чего полностью переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1 мин при частоте вращения ножей не более 1000 $мин^{-1}$ до получения однородной массы. Измерение проводят сразу же.

8.1.2 Гомогенизированные молоко, сливки и жидкие молочные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, нагревают до температуры (40 ± 2) °С, тщательно перемешивают и сразу же проводят измерение.

8.1.3 Кисломолочные продукты без наполнителей

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, нагревают на водяной бане до температуры (40 ± 2) °С, тщательно перемешивая круговыми движениями шпателем на всю глубину продукта, добиваясь полного освобождения от пузырьков воздуха, однородности, и сразу же проводят измерения.

8.1.4 Творог и творожные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, доводят до температуры (20 ± 2) °С, переносят в стакан гомогенизатора вместимостью 500—1000 $см^3$ и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 1000 до 5000 $мин^{-1}$ до получения однородной массы. Затем пробу переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$.

8.1.5 Сметана и сметанные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, нагревают на водяной бане до температуры (30 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем на всю глубину продукта, и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Измерение проводят сразу же, не допуская образования пузырьков воздуха.

8.1.6 Сыры и сырные продукты

Пробу продукта измельчают на мелкой терке и переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$.

8.1.7 Подготовку инфракрасного анализатора к измерениям проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора (далее — инструкция к прибору)».

Подраздел 8.2. Заголовок изложить в новой редакции; дополнить абзацем (после заголовка):

«**8.2 Подготовка ИК-анализатора к работе**

Перед началом работы ПК-анализатор прогревают не менее 1 ч. Подготовку ИК-анализатора, а также его предварительную градуировку и проверку градуировки проводят в соответствии с требованиями инструкции к прибору или в соответствии с 8.2.1—8.2.4».

Пункт 8.2.1 Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«**8.2.1 Градуировка ИК-анализатора**

Базовые градуировки ИК-анализатора для измерения показателей качества продукции являются частью программного обеспечения прибора и не требуют коррекции, если показания анализатора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1—11 в части показателей: «Предел повторяемости» и «Границы абсолютной погрешности измерений при указанных диапазонах измерения». Если показания ИК-анализатора не соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1—11, проводят коррекцию базовых градуировок в соответствии с инструкцией к прибору.

Коррекция базовых градуировок ИК-анализатора заключается в следующем:»;

последний абзац. Заменить слова: «в таблицах 1 и 2» на «в таблицах 1—11».

Пункты 8.2.2, 8.2.3 изложить в новой редакции:

«8.2.2 Образцы для коррекции градуировки представляют собой образцы продукта с известными значениями измеряемых показателей, установленными следующими методами:

- определение массовой доли белка — по ГОСТ 23327;
- определение массовой доли жира — по ГОСТ 22760;
- определение массовой доли лактозы — в соответствии с методикой, установленной в приложении А ;
- определение массовой доли влаги и сухого вещества — по ГОСТ 3626.

8.2.3 Проверку градуировки ИК-анализатора проводят перед началом работы в соответствии с инструкцией к прибору. Проверка градуировки заключается в сравнении значений показателей прибора при анализах контрольных образцов. Перечень контрольных образцов приведен в инструкции к прибору. Если показания ИК-анализатора соответствуют требованиям, указанным в таблицах 1—11 (значение предела повторяемости), ИК-анализатор считается готовым к работе. Если показания ИК-анализатора не соответствуют указанным требованиям, то проводят коррекцию градуировки согласно 8.2.2».

Разделы 9, 10, 11 изложить в новой редакции:

«**9 Проведение измерений**

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы продукта в соответствии с инструкцией к прибору. Каждую параллельную пробу продукта загружают в измерительную ячейку и затем снимают показания прибора.

10 Обработка результатов измерений

10.1 За окончательный результат измерения принимается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости (пункт 3.14 ГОСТ ИСО 5725-1), если соблюдается условие приемлемости по 11.1.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочной продукции при $P = 0,95$ приведены в таблицах 1—11.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молоке и молочных продуктах*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,09
Сливки сырые и питьевые	От 1,5 до 3,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 2,6 до 4,0	0,12	0,14	0,09

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,8 до 5,5	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 0,5 до 6,0	0,12	0,14	0,10
Сливки сырые и питьевые	От 9,0 до 42,0	0,10	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 0,5 до 5,0	0,12	0,15	0,10

Таблица 3 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,21	0,15
Молоко питьевое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,20	0,14
Кисломолочные продукты	От 3,0 до 4,5	0,25	0,37	0,26

* Метрологические характеристики в таблицах 1—4 были определены с применением ИК-анализатора «MilkoScan FT1 Advanced» фирмы «Foss Analytical A/S» (Дания).

Таблица 4 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли сухих веществ в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 9,0 до 14,0	0,25	0,50	0,35
Молоко питьевое	От 9,0 до 13,5	0,20	0,42	0,30
Сливки сырые и питьевые	От 20,0 до 55,0	0,20	0,42	0,30
Жидкие кисломолочные продукты	От 9,0 до 16,0	0,25	0,50	0,35

Таблица 5 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молочной продукции*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог	От 10,0 до 20,0	0,50	0,70	0,50
Творожные продукты	От 8,0 до 16,0	0,50	0,77	0,54
Сметана и сметанные продукты	От 1,5 до 3,5	0,12	0,20	0,15
Сыры	От 20,0 до 28,0	0,80	1,30	0,90
Сырные продукты	От 18,0 до 26,0	0,80	1,30	0,90

Таблица 6 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог и творожные продукты	От 0,5 до 7,0	0,14	0,16	0,12
	Св. 7,0 до 20,0	0,30	0,50	0,35
Сметана и сметанные продукты	От 10,0 до 35,0	0,20	0,40	0,30
Сыры	От 18,0 до 30,0	0,25	0,60	0,40
Сырные продукты	От 20,0 до 35,0	0,30	0,75	0,53

* Метрологические характеристики в таблицах 5—7 были определены с применением ИК-анализатора «FoodScan» фирмы «Foss Analytical» (Дания).

Таблица 7 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли влаги в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог и творожные продукты	От 55,0 до 80,0	0,40	0,75	0,55
Сметана и сметанные продукты	От 60,0 до 85,0	0,30	0,55	0,40
Сыры	От 30,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00
Сырные продукты	От 25,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00

Таблица 8 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молоке и молочных продуктах*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,8 до 5,5	0,10	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 0,5 до 6,0	0,10	0,14	0,10
Сливки сырые и питьевые	От 9,0 до 42,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 0,5 до 5,0	0,12	0,20	0,14

Таблица 9 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,09
Сливки сырые и питьевые	От 1,5 до 3,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 2,6 до 4,0	0,15	0,25	0,18

* Метрологические характеристики в таблицах 8—11 были определены с применением ИК-анализатора «LactoScope FTIR Advanced» фирмы «Delta Instruments» (Нидерланды).

Таблица 10 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 4,0 до 5,5	0,14	0,24	0,17
Молоко питьевое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,23	0,16
Кисломолочные продукты	От 3,0 до 4,5	0,25	0,37	0,26

Таблица 11 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли сухих веществ в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 9,0 до 14,0	0,25	0,50	0,35
Молоко питьевое	От 9,0 до 13,5	0,22	0,45	0,32
Сливки сырые и питьевые	От 20,0 до 55,0	0,22	0,45	0,32
Жидкие кисломолочные продукты	От 9,0 до 16,0	0,25	0,50	0,35

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (1)$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений массовой доли определяемого показателя, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), %, значение которого приведено в таблицах 1—11.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений анализируемых продуктов, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \quad (2)$$

где X'_1, X'_2 — значения двух параллельных определений массовой доли определяемого показателя, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, %, значение которого приведено в таблицах 1—11.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3)».

Раздел 12. Заменить слова: «Молочных продуктов» на «молочной продукции», «(таблицы 1, 2)» на «(таблицы 1—11)».

Приложение А исключить.
Приложение Б. Заменить слова: «Приложение Б» на «Приложение А».
Ключевые слова. Заменить слова: «продукты молочные» на «продукция молочная».

(ИУС № 12 2016 г.)

МКС 67.100.10

Изменение № 2 ГОСТ 32255—2013 Молоко и молочная продукция. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 121-П от 30.08.2019)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 14791

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: BY, KG, RU, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации[1)]

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на коровье молоко и молочную продукцию (из коровьего молока) и устанавливает количественный инструментальный экспресс-метод определения массовой доли белка, жира, лактозы, влаги, сухих веществ и содержание мочевины в коровьем молоке и молочной продукции из коровьего молока, установленных в 3.1, с применением инфракрасного анализатора методом инфракрасной спектроскопии.

Метод предназначен для оперативного производственного контроля.

Диапазоны измерения показателей: массовая доля белка — от 1,50 % до 28,00 %, жира — от 0,50 % до 42,00 %, лактозы — от 2,00 % до 5,50 %, влаги — от 25,00 % до 85,00 %, сухих веществ — от 9,00 % до 55,00 %, содержание мочевины — от 9,0 мг/100 $см^3$ и более».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

---

* В Российской Федерации действуют: ГОСТ Р 54668—2011 «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества», ГОСТ Р 55063—2012 «Сыры и сыры плавленые. Правила приемки, отбор проб и методы контроля», ГОСТ Р 55361—2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[1)] Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2020—07—01.

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 22760 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира

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

ГОСТ 24104** Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ 26809.2 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 34454 Продукция молочная. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **продукты:** Молоко (сырое и питьевое), сливки (сырые и питьевые), жидкие кисломолочные и сквашенные продукты, напитки на основе молока и молочной сыворотки, творог, творожные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии творога; сметана, сметанные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сметаны; сыры и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сыра.

3.2 **инфракрасный анализатор (ИК-анализатор):** Прибор экспресс-анализа, предназначенный для определения показателей качества молока и молочной продукции методом инфракрасной спектроскопии поглощения в инфракрасной области спектра от 0,4 мкм до 11,0 мкм.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3.3 **мочевина (карбамид):** Диамид угольной кислоты, конечный продукт белкового обмена у млекопитающих, обязательный компонент сырого молока».

Раздел 5 дополнить перечислением (после последнего):

«консервант для проб молока в соответствии с инструкцией к прибору».

Раздел 7 дополнить абзацами:

«При необходимости увеличения срока хранения пробы сырого молока для испытаний применяют консервант, разрешенный в установленном порядке для консервации проб в аналитической химии, а также рекомендуемый в соответствии с инструкцией к прибору.

Срок хранения проб молока с консервантом при температуре (4 ± 2) °С — не более 10 сут.

Кислотность анализируемого сырого молока не должна превышать 21,0 °Т».

Пункты 8.1.1 и 8.1.2 дополнить абзацем:

«При этом возможна дополнительная подготовка проб молока в соответствии с инструкцией к прибору».

Пункт 8.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13»;

последний абзац. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13»; исключить слова: «предел воспроизводимости».

Пункт 8.2.2. Первое перечисление дополнить ссылкой: «ГОСТ 34454»;

дополнить перечислением:

«- определение содержания мочевины — по нормативным документам государства, принявшего настоящий стандарт*»;

дополнить сноской:

«———————

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55282—2012 «Молоко сырое. Колориметрический метод определения содержания мочевины».

Пункт 8.2.3. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13».

Пункт 10.1. Заменить ссылку: «(пункт 3.14 ГОСТ ИСО 5725-1)» на «(пункт 3.14 ГОСТ ИСО 5725-1—2003)».

Пункт 10.2. Первый абзац. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13»;

таблицы 5—7 изложить в новой редакции:

«Таблица 5 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молочной продукции*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог	От 10,0 до 20,0	0,50	0,70	0,50
Творожные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии творога	От 8,0 до 16,0	0,50	0,77	0,54
Сметана, сметанные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сметаны	От 1,5 до 3,5	0,12	0,20	0,15
Сыры	От 20,0 до 28,0	0,80	1,30	0,90
Молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сыра	От 18,0 до 26,0	0,80	1,30	0,90

———————

* Метрологические характеристики в таблицах 5—7 были определены с применением ИК-анализатора «FoodScan» фирмы «Foss Analytical» (Дания).

Таблица 6 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
Творог	От 0,5 до 7,0 включ.	0,14	0,16	0,12
Творожные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии творога	Св.7,0 до 20,0	0,30	0,50	0,35
Сметана, сметанные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сметаны	От 10,0 до 35,0	0,20	0,40	0,30
Сыры	От 18,0 до 30,0	0,25	0,60	0,40
Молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сыра	От 20,0 до 35,0	0,30	0,75	0,53

Таблица 7 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли влаги в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
Творог, творожные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии творога	От 55,0 до 80,0	0,40	0,75	0,55
Сметана, сметанные продукты и молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сметаны	От 60,0 до 85,0	0,30	0,55	0,40
Сыры	От 30,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00
Молокосодержащие продукты с заменителем молочного жира, произведенные по технологии сыра	От 25,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00

»;

дополнить таблицами 12, 13:

«Таблица 12 — Метрологические характеристики измерений физико-химических показателей идентификации молока и сливок*

Наименование показателя	Диапазон измерений, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ±Δ, %
Массовая доля жира	От 0,1 до 6,0 включ.	0,08	0,15	0,10
	От 6,1 до 42,0 включ.	0,09	0,17	0,12
Массовая доля белка	От 1,5 до 15,0	0,08	0,15	0,10
Массовая доля лактозы	От 2,0 до 5,5	0,11	0,20	0,15
Массовая доля сухих веществ	От 8,0 до 50,0	0,22	0,41	0,35

Таблица 13 — Метрологические характеристики измерений содержания мочевины в сыром молоке**

Наименование показателя	Диапазон измерений, мг/100 см^3	Предел повторяемости *r*, мг/100 см^3	Предел воспроизводимости *R*, мг/100 см^3	Границы абсолютной погрешности ±Δ, мг/100 см^3
Содержание мочевины	От 9,0 до 40,0 включ.	2,5	2,8	2,0
	Более 40,0	4,0	6,5	4,6

* Метрологические характеристики в таблице 12 были определены с применением ИК-анализатора «DairySpecFT» фирмы «Bentley Instruments (DS FT)» (США)».

** Метрологические характеристики в таблице 13 были определены с применением ИК-анализаторов «MilkoScan FT1 Advanced» фирмы «Foss Analytical A/S» (Дания) и «DairySpecFT» фирмы «Bentley Instruments (DS FT)» (США)».

Подраздел 11.1. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13»;
заменить ссылку: «ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2)» на «ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2)».
Подраздел 11.2. Первый абзац. Заменить обозначение: «m = 2» на «n = 2»;
второй абзац. Заменить слова: «в таблицах 1—11» на «в таблицах 1—13»;
третий абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3)» на
«ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3)».
Раздел 12. Заменить слова: «(таблицы 1—11)» на «(таблицы 1—13)».
Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 О безопасности молока и молочной продукции».

(ИУС № 1 2020 г.)

gost.e-ecolog.ru