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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31979— 2012

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод обнаружения растительных жиров в жировой фазе газожидкостной хроматографией стеринов

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

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г.) № 54-П

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1783-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31979—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 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

МКС 67.100.10

Поправка к ГОСТ 31979—2012 Молоко и молочные продукты. Метод обнаружения растительных жиров в жировой фазе газожидкостной хроматографией стеринов

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

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод обнаружения растительных жиров в жировой фазе газожидкостной хроматографией стеринов

Milk and milk products.
Detection method of vegetable fat in lipid phase by gas-liquid chromatography of sterols

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты и устанавливает метод обнаружения растительных жиров в жировой фазе методом газожидкостной хроматографии стеринов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 3622—68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—78 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7825—96 Масло соевое. Технические условия**

ГОСТ 8988—2002 Масло рапсовое. Технические условия***

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53510—2009 «Масло соевое. Технические условия».

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53457—2009 «Масло рапсовое. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13928—84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу

ГОСТ 14022—88 Водород фтористый безводный. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20289—74 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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 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

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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **метод газожидкостной хроматографии:** Метод разделения и анализа смеси веществ, основанный на их различной растворимости в тонком слое жидкости, нанесенной на твердый носитель, когда в процессе разделения компоненты смеси распределяются между неподвижной жидкой и подвижной газовой (газ-носитель) фазами.

4 Сущность метода

Метод основан на процедуре осаждения стеринов в виде дигитонинов, растворения их в смеси формамида с диметилформамидом с последующей экстракцией стеринов пентаном и последующим разделением стеринов методом газожидкостной хроматографии.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Хроматограф газовый, включающий следующие элементы:

- инжектор;
- термостат с программированием температуры, обеспечивающий нагрев колонки до температуры (260 ± 2) °С;
- колонку хроматографическую стеклянную длиной от 100 до 200 см, внутренним диаметром (3 ± 1) мм; твердый носитель — кальцинированный диатомитовый, очищенный кислотой и покрытый кремневодородом; жидкая фаза — смола каучуковая метилсиликоновая, стабильная при температуре от 300 °С; ячейки размером 175—150 мкм или 150—125 мкм; массовая доля метилсиликоновой каучуковой смолы на носителе — от 2 % до 4 %;
- детектор пламенно-ионизационный;
- записывающее устройство.

Микрошприц вместимостью $5 \cdot 10^{-3}$ или $10 \cdot 10^{-3}$ см^3.

Воронка фильтрующая ВФ по ГОСТ 25336 диаметром фильтра 90 мм.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, ос. ч.

Водород по ГОСТ 14022.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583, первый сорт.

Формамид по нормативным и техническим документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Диметилформамид по ГОСТ 20289.

Н-пентан, ч. д. а. (для хроматографии).

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч., водный раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Масло рапсовое по ГОСТ 8988.

Масло соевое по ГОСТ 7825.

Жир молочного происхождения однородного состава массовой долей жира не менее 99,9 %.

Дигитонин, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по нормативным и техническим документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Пентан, ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Хлороформ, х. ч., с содержанием основного вещества не менее 90 %.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч., раствор массовой концентрацией 70 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm$ 0,01 г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (60 $\pm$ 2) °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (80 $\pm$ 5) °С.

Термометр лабораторный нертутный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа Б по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Устройство перемешивающее лабораторное.

Миксер.

Колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-100-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-50, В-1-200 по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80, В-75-110 по ГОСТ 25336.

Бутыли пластиковые или стеклянные вместимостью 500 см^3 с завинчивающимися крышками.

Бумага фильтровальная лабораторная диаметром 15 см, обезжиренная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные.

Щипцы металлические.

Терка мелкая.

Холодильник бытовой электрический любого типа, обеспечивающий поддержание температуры в холодильной камере (4 $\pm$ 2) °С.

Центрифуга со скоростью вращения не менее 5000 об/мин.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 3622, ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

В случае если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их рекомендуется хранить не более 10 сут в холодильнике при температуре не выше (4 $\pm$ 2) °С.

7 Порядок подготовки к проведению измерений

7.1 Подготовка пробы продукта

Для выделения жира отбирают пробу продукта, которая должна обеспечить выделение из нее не менее 30 г жира.

7.1.1 Сырое молоко и сырые сливки, питьевое молоко и питьевые сливки

Пробу помещают в центрифужные пробирки или стаканы и центрифугируют при 5000 об/мин в течение 30 мин.

При этом продукт разделяется на два слоя: верхний — жировой, содержащий почти весь жир, и нижний — белковый. Центрифужные емкости с расслоившимся продуктом охлаждают до температуры (4 ± 2) °С для перевода жира в твердое состояние. Верхний твердый слой жира осторожно переносят в чистый стакан вместимостью 50 см^3, помещают в термостат при температуре (50 ± 2) °С и выдерживают до прозрачного состояния. Затем жир фильтруют через сухой складчатый фильтр. Жир должен быть прозрачным.

7.1.2 Сухие молочные продукты

В стакан вместимостью 200 см^3 взвешивают (100,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 100 см^3 дистиллированной воды температурой (40 ± 2) °С. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой до однородной консистенции и оставляют на 10—15 мин для набухания белков. Далее вносят безводный сульфат натрия и размельчают с помощью миксера до тех пор, пока не образуется зернистая масса.

7.1.3 Концентрированное молоко, сгущенное молоко и мороженое

В стакан вместимостью 200 см^3 взвешивают (100,0 ± 0,1) г продукта. Мороженое предварительно освобождают от глазури и других отделяемых компонентов. В пробу продукта добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, нагревают смесь на водяной бане до температуры 75 °С, добавляют 15 см^3 раствора сульфата меди (II) и продолжают нагревать до получения сгустка, который фильтруют через фильтровальную бумагу, промывают его теплой водой до обесцвечивания фильтрата. Осторожно сливают осадок, перемешивают его с безводным сульфатом натрия до получения зернистой массы.

7.1.4 Молочный жир, сливочное масло и масляные пасты

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (50,0 ± 0,1) г продукта и выдерживают в термостате при температуре (50 ± 2) °С до разделения продукта на жир и воду. Отделяют верхнюю жировую фракцию при температуре не более 40 °С, аккуратно перелив ее в другой стакан, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу так, чтобы вода не попадала на фильтр.

7.1.5 Сметана и продукты на ее основе

В пластиковую или стеклянную бутыль вместимостью 500 см^3 помещают пробу продукта, центрифугируют при 5000 об/мин в течение 30 мин. При этом продукт разделяется на два слоя: верхний — жировой, содержащий почти весь жир, и нижний — белковый. Центрифужные емкости с расслоившимся продуктом нагревают до температуры (50 ± 2) °С. Отделяют верхнюю жировую фракцию при температуре не более 40 °С, аккуратно перелив ее в другой стакан, фильтруют через сухую фильтровальную бумагу так, чтобы вода не попадала на фильтр.

7.1.6 Творог и творожные продукты

В пластиковую или стеклянную бутыль вместимостью 500 см^3 помещают (200,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 300 см^3 смеси хлороформа и этанола в соотношении 2:1 (по объему). Бутыль закрывают крышкой, закрепляют на лабораторном перемешивающем устройстве и перемешивают в течение 0,5—1,0 ч.

Полученный экстракт фильтруют в стакан вместимостью 200 см^3 через сухой складчатый фильтр. Для отделения жировой фракции стакан помещают на 1 ч на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре (50 ± 2) °С.

7.1.7 Сыр и сырные продукты

Пробу продукта измельчают в ступке с раствором безводного сульфата натрия до получения зернистой массы.

7.1.8 Из пробы продукта, подготовленной по 7.1.1—7.1.7, пентаном экстрагируют жир. Пентан удаляют выпариванием на водяной бане при температуре (75 ± 2) °С до получения прозрачного жира. Не допускают выплескиваний и кипения.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории следует соблюдать следующие условия:
температура окружающего воздуха. . . . . (20 ± 2) °С;
относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;
атмосферное давление . . . . . от 84 до 106 кПа.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление стеринов

9.1.1 Приготовление дигитонина стеринов анализируемого продукта (пробы)

9.1.1.1 Навеску жира массой (15,0 ± 0,1) г, подготовленную по 7.1.8, вносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 гидроокиси калия и 20 см^3 этилового спирта. Присоединяют к колбе воздушный конденсатор. Нагревают смесь на водяной бане в течение 30 мин при непрерывном вращении колбы до получения прозрачного раствора.

Далее добавляют 60 см^3 воды, затем 180 см^3 этилового спирта. Нагревают смесь до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина, перемешивают и охлаждают в холодильнике при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.1.1.2 Дигитонин стерина выделяют из полученного раствора, пропуская его через фильтрующее устройство — фильтровальную бумагу и фильтрующую воронку диаметром фильтра 90 мм.

Промывают фильтрат водой температурой 5 °С до прекращения пенообразования, после чего промывают фильтрат, используя от 25 до 50 см^3 этилового спирта. Затем промывают фильтрат, используя от 25 до 50 см^3 диэтилового эфира.

Фильтровальную бумагу и полученный осадок высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 10—15 мин. Сухой остаток на фильтре является дигитонином стерина.

Дигитонин стерина отделяют от фильтра и переносят его в стеклянную бюксу.

9.1.2 Приготовление стеринов молочного жира

9.1.2.1 Навеску молочного жира массой (15,0 ± 0,1) г вносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 гидроокиси калия и 20 см^3 этилового спирта. Присоединяют к колбе воздушный конденсатор. Нагревают смесь на водяной бане в течение 30 мин при непрерывном вращении колбы до получения прозрачного раствора.

Далее добавляют 60 см^3 воды, затем 180 см^3 этилового спирта. Нагревают смесь до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина, перемешивают и охлаждают в холодильнике при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.1.2.2 Стерин молочного жира выделяют из полученного раствора согласно 9.1.1.2. Сухой остаток на фильтре является стерином молочного жира, который отделяют от фильтра и переносят его в стеклянную бюксу.

9.1.3 Приготовление стеринов рапсового масла

9.1.3.1 Навеску рапсового масла массой (15,0 ± 0,1) г вносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 гидроокиси калия и 20 см^3 этилового спирта. Присоединяют к колбе воздушный конденсатор. Нагревают смесь на водяной бане в течение 30 мин при непрерывном вращении колбы до получения прозрачного раствора.

Далее добавляют 60 см^3 воды, затем 180 см^3 этилового спирта. Нагревают смесь до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина, перемешивают и охлаждают в холодильнике при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.1.3.2 Стерины рапсового масла выделяют из полученного раствора согласно 9.1.1.2. Сухой остаток на фильтре является стеринами рапсового масла, которые отделяют от фильтра и переносят в стеклянную бюксу.

9.1.4 Приготовление стеринов соевого масла

9.1.4.1 Навеску соевого масла массой (15,0 ± 0,1) г вносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 гидроокиси калия и 20 см^3 этилового спирта. Присоединяют к колбе воздушный конденсатор. Нагревают смесь на водяной бане в течение 30 мин при непрерывном вращении колбы до получения прозрачного раствора.

Далее добавляют 60 см^3 воды, затем 180 см^3 этилового спирта. Нагревают смесь до 40 °С. Добавляют 30 см^3 спиртового раствора дигитонина, перемешивают и охлаждают в холодильнике при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.1.4.2 Стерины соевого масла выделяют из полученного раствора согласно 9.1.1.2. Сухой остаток на фильтре является стеринами соевого масла, которые отделяют от фильтра и переносят в стеклянную бюксу.

9.2 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с прилагаемой к хроматографу инструкцией.

9.3 Условия хроматографирования

9.3.1 Установка чувствительности хроматографа

Дозатором вводят в колонку от $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см^3 раствора для контроля чувствительности (1 мг свежеприготовленных стеринов молочного жира по 9.1.2. и 1 см^3 н-пентана). При этом на хроматограмме должен появиться один пик, соответствующий холестерину (приложение А, рисунок А.1). Устанавливают скорость диаграммы, чувствительность детектора и характеристики спектра так, чтобы высота пика хроматограммы холестерина была не менее 50 % верхнего предела регистрации записывающего устройства.

9.3.2 Определение эффективности разделения стеринов

Дозатором вводят в колонку от $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см^3 раствора для проверки эффективности разделения (состоит из 0,9 мг стеринов рапсового масла, подготовленных по 9.1.3, 0,1 мг стеринов молочного жира, подготовленных по 9.1.2, и 1 см^3 н-пентана). На хроматограмме должны появиться пики холестерина, брассикастерина, кампестерина и β-ситостерина (приложение А, рисунок А.2). Измеряют на хроматограмме расстояния, пропорциональные времени удерживания (расстояния от момента введения раствора в колонку до наивысших точек пиков): d_{ch} — для холестерина, d_b — для брассикастерина, d_c — для кампестерина, d_s — для β-ситостерина. Измеряют ширину оснований пиков и расстояния между вершинами пиков (измерение ширины оснований проводят между пересечениями основной линии с касательными к точкам перегиба с передней и задней сторон вершин), w_{ch} — для холестерина и w_b — для брассикастерина.

Коэффициент разделения рассчитывают по формуле

$$PR = 2(d_b - d_{ch})/(w_b + w_{ch}). \quad (1)$$

Коэффициент разделения должен быть не менее 1,0. При коэффициенте разделения 1,5 достигается почти полное разделение. Полное разделение имеет место при коэффициенте более 1,5. Для измерения ширины основания пика проводят прямые, касательные к точкам перегиба хроматограммы с каждой стороны пика, до пересечения их с основной линией. Ширина основания равняется отрезку на основной линии, концами которого являются точки пересечения касательных с основной линией. Подсчитывают значение *PR* по формуле (1).

9.3.3 Проведение повседневного контроля

Вводят в колонку от $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см^3 раствора для повседневного контроля (состоящего из 1 мг свежеприготовленных стеринов из соевого масла, подготовленных по 9.1.4, и 1 см^3 н-пентана). На хроматограмме должны появиться пики кампестерина, стигмастерина и β-ситостерина (приложение А, рисунок А.3). Измеряют расстояние между вершинами пиков d_c — для кампестерина, d_{st} — для стигмастерина и d_s —для β-ситостерина.

10 Проведение процесса хроматографирования

10.1 Вносят (10 ± 1) мг дигитонина стерина, подготовленного по 9.1.1, в пробирку и добавляют 0,5 см^3 смеси формамида и диметилформамида (1:1 по объему). При необходимости раствор осторожно подогревают. Добавляют 2,5 см^3 н-пентана в охлажденный раствор, закрывают пробирку пробкой и перемешивают интенсивным вращением. Оставляют в покое до расслоения и используют для анализа верхний слой, содержащий свободные стерины. Расчетное значение массовой концентрации стеринов в верхнем слое раствора 1 мг/см^3.

10.2 Температуру колонки устанавливают от 220 °С до 250 °С, а систему дозирования дополнительно нагревают на (30 ± 10) °С выше температуры колонки.

10.3 Скорость подачи азота устанавливают от 30 до 60 см^3/мин.

10.4 Новые колонки для стабилизации выдерживают при условиях 10.2—10.3 и при отключенном детекторе в течение 16—24 ч.

10.5 Подключают детектор, зажигают пламя и регулируют скорость подачи водорода и кислорода (или воздуха) так, чтобы высота пика хроматограммы холестерина была не менее 50 % верхнего предела регистрации записывающего устройства.

10.6 Включают записывающее устройство, подбирают скорость записи и устанавливают перо самописца на нулевую отметку. Подачу водорода, кислорода и включение записывающего устройства проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

10.7 Вводят в колонку от $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см^3 раствора по 10.1 и записывают хроматограмму. Для более точного определения последовательно проводят запись четырех хроматограмм. Первую и третью хроматограмму записывают для раствора контроля чувствительности; вторую и четвертую — для раствора, приготовленного по 10.1. Объемы растворов должны быть одинаковыми.

11 Обработка результатов измерений

Если на хроматограмме наблюдаются пики с временем удерживания, характерным для β-ситостеринов, и их высота более 2 % верхнего предела измерений, установленного по раствору для контроля чувствительности обнаружения стеринов молочного жира (1 мг свежеприготовленных стеринов молочного жира и 1 см^3 н-пентана), то это подтверждает наличие β-ситостеринов в анализируемой пробе.

Присутствие на хроматограмме пика β-ситостерина или других фитостеринов подтверждает наличие в пробе продукта растительных масел или жиров.

12 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами — в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками — в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

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

Приложение А
(обязательное)

Хроматограммы стеринов

А.1 Хроматограммы стеринов приведены на рисунках А.1—А.3.
Значение относительного времени удержания должно соответствовать:
холестерин — 1,00 (около 15 мин);
брассикастерин — 1,13—1,15;
кампестерин — 1,32—1,34;
стигмастерин — 1,44—1,46;
β-ситостерин — 1,66—1,68.

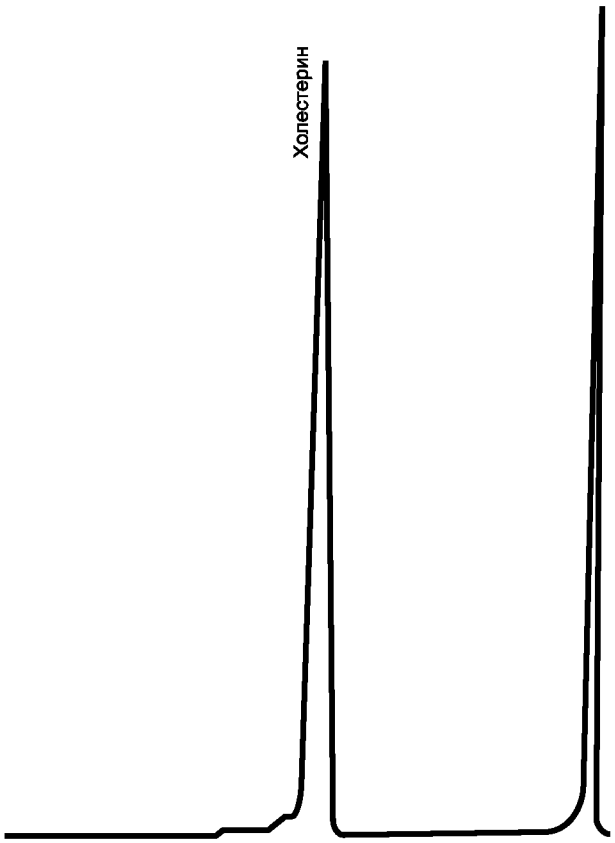

Рисунок А.1 — Хроматограмма стеринов молочного жира

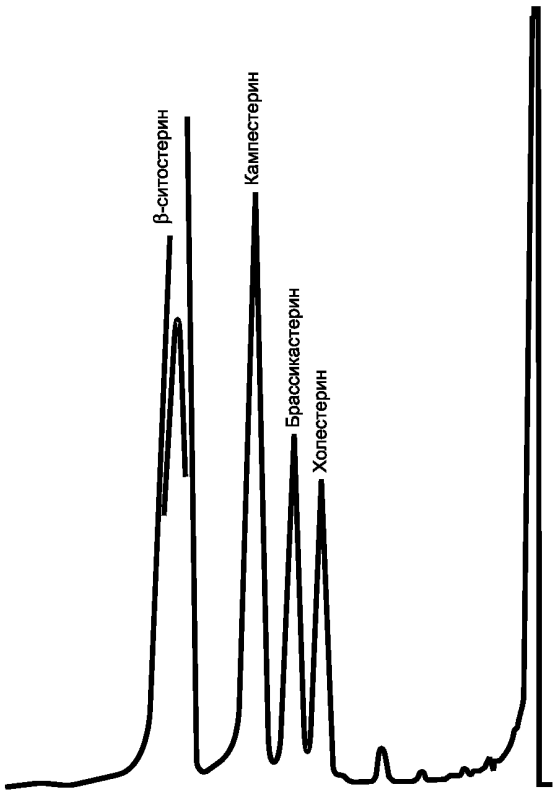

Рисунок А.2 — Хроматограмма стеринов молочного жира и рапсового масла

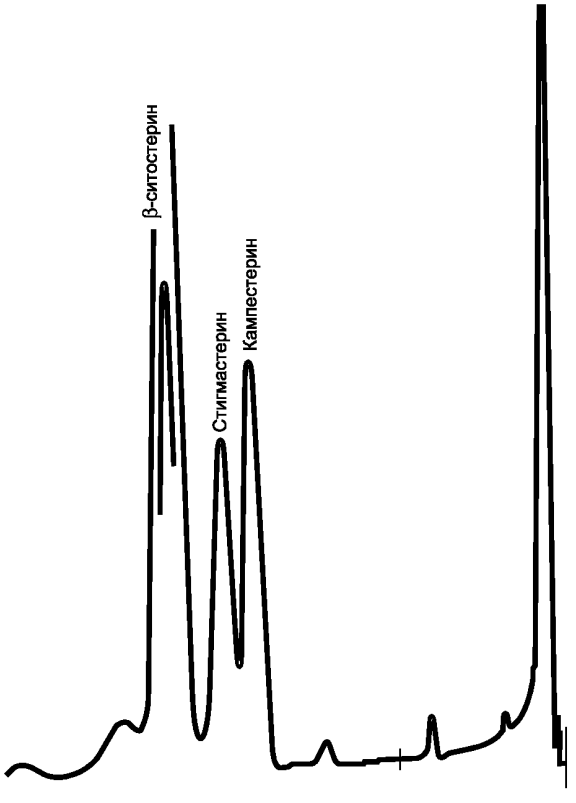

Рисунок А.3 — Хроматограмма стеринов соевого масла

УДК 664.325:006.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, молочный жир, газожидкостная хроматография, кристаллы стеринов, область применения, нормативные ссылки, термины и определения, сущность метода, средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, отбор проб

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 07.02.2014. Подписано в печать 18.02.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 123 экз. Зак. 246.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru