ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55332— 2012

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения свободного (дестабилизированного) жира

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании»

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности Россельхозакадемии» (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1654-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (gost. ru)

© Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Отбор проб 2
5 Условия проведения измерений 2
6 Количественный метод определения свободного (дестабилизированного) жира 2
7 Качественный экспресс-метод определения свободного (дестабилизированного) жира 5
8 Требования безопасности 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения свободного (дестабилизированного) жира

Milk and milk products.
Methods for determination of free (destabilized) fat

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты (сливки, сметану, сухое молоко, сгущенное молоко) и устанавливает методы определения свободного (дестабилизированного) жира.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51452—99 Консервы молочные сгущенные. Гравиметрический метод определения массовой доли жира

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 12.4.009—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 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 22760—77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира

ГОСТ 23094—78 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия

Издание официальное

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

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

ГОСТ 30648.1—99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], ГОСТ Р 52738.

4 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809 со следующим дополнением.

В случае, если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их рекомендуется хранить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более одних суток.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;
- атмосферное давление . . . . . (95 ± 10) кПа;
- напряжение в сети . . . . . 220 (205—230) В;
- частота питающей сети . . . . . (50 ± 0,5) Гц.

6 Количественный метод определения свободного (дестабилизированного) жира

6.1 Сущность метода

Метод основан на адсорбции дестабилизированного жира на силикагеле, его последующем элюировании органическим растворителем, удалении растворителя и взвешивании выделившегося свободного (дестабилизированного) жира.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 2 мг.

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более 0,6 мг по документации изготовителя.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостной (нертутный) диапазоном измерения от 0 °С до 150 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

Испаритель ротационный, с водяной баней, обеспечивающей поддержание температуры от 30 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Колонка хроматографическая длиной 200—250 мм с размером внутреннего диаметра 25—30 мм с колбой-приемником (Колба Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336).

Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

Колба К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Щипцы металлические.

Шпатель металлический.

Вата стеклянная.

Силикагель технический марки АСКГ по ГОСТ 3956.

Хлороформ свободный от перекиси.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Подготовка хроматографической колонки

На дно хроматографической колонки помещают небольшим слоем стеклянную вату и сверху на нее помещают (10,00 ± 0,01) г технического силикагеля марки АСКГ.

6.3.2 Подготовка круглодонной колбы

Круглодонную колбу высушивают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, охлаждают (не в эксикаторе) в течение 30 мин до температуры комнаты, в которой будут проводить взвешивание.

Используя щипцы, колбу помещают на весы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

6.3.3 Подготовка анализируемой пробы

Молочные консервы восстанавливают в соответствии с нормативной документацией.

К (10 ± 0,01) г сливок или сметаны (с массовой долей жира 30 % и более) добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

6.3.4 Определяют массовую долю жира в продукте гравиметрическим методом в соответствии с требованиями стандарта на конкретный вид продукта (ГОСТ 22760, ГОСТ 30648.1 и ГОСТ Р 51452).

Содержание жира в пробе продукта, взятой для анализа $m_о$, г, вычисляют по формуле

$$m_о = \frac{X_1 \cdot m_1}{100}, \quad (1)$$

где X_1 — массовая доля жира в продукте, определенная гравиметрическим методом по ГОСТ Р 51452, ГОСТ 22760 или ГОСТ 30648.1, %;

m_1 — масса анализируемой пробы продукта (6.4.1), г;

100 — коэффициент пересчета в граммы.

6.4 Проведение измерений

6.4.1 К хроматографической колонке подсоединяют коническую колбу-приемник вместимостью 250 см^3. Через колонку пропускают анализируемую пробу продукта, подготовленную по 4 или 6.3.3. Массу анализируемой пробы продукта подбирают таким образом, чтобы содержание жира в ней составляло 1,0—1,5 г и взвешивают с точностью до 0,001 г.

6.4.2 После пропускания анализируемой пробы через колонку силикагель промывают для удаления остатков продукта, используя 50—75 см^3 дистиллированной воды. Оставшуюся в колонке воду удаляют с помощью водоструйного насоса. Полученный элюат отбрасывают.

6.4.3 Затем к колонке подсоединяют другую коническую колбу-приемник вместимостью 250 см^3. Через колонку пропускают 100—120 см^3 растворителя хлороформа, остатки хлороформа из колонки отсасывают в ту же коническую колбу-приемник водоструйным насосом.

Хлороформ, прошедший через колонку с силикагелем, становится мутным, так как содержит некоторое количество воды. Для отделения воды содержимое колбы-приемника (6.4.3) хроматографической колонки переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и оставляют до разделения жидкостей.

6.4.4 Слой хлороформа, содержащий жир, осторожно переносят из делительной воронки в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, подготовленную по 6.3.2. Круглодонную колбу подсоединяют к ротационному испарителю и осторожно отгоняют растворитель максимально полно. При этом в колбе остается чистый, прозрачный жир. При использовании водяной бани аккуратно вытирают внешнюю поверхность колбы.

6.4.5 Затем круглодонную колбу (положив ее на бок для лучшего удаления остатков растворителя) помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение (30 ± 5) мин, охлаждают не в эксикаторе, но не допуская попадания влаги, до температуры комнаты, в которой будет проводиться взвешивание, и взвешивают с точностью до 0,001 г. На весы колбу помещают с помощью щипцов. Не допускается вытирать колбу непосредственно перед взвешиванием.

6.4.6 Процесс по 6.4.5 повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,001 г или при одном из взвешиваний после высушивания наблюдается увеличение массы. За окончательный результат массы круглодонной колбы и выделенного дестабилизированного жира в анализируемой пробе принимают ее минимальное значение.

6.4.7 Контрольная проба

Параллельно проводят контрольный опыт, используя вместо анализируемой пробы продукта соответствующее ему количество дистиллированной воды.

6.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю свободного (дестабилизированного) жира X_2, %, определяют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)}{m_o} 100, \quad (2)$$

где m_2 — масса круглодонной колбы с выделенным жиром после высушивания, г;

m_3 — масса пустой круглодонной колбы, г;

m_4 — масса круглодонной колбы после проведения контрольной пробы, г;

m_5 — масса пустой круглодонной колбы, взятой для проведения контрольной пробы, г;

m_o — общее содержание жира в анализируемой пробе продукта;

100 — множитель для перевода полученного значения в проценты.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

6.6 Контроль точности результатов измерений

6.6.1 Метрологические характеристики метода определения массовой доли свободного (дестабилизированного) жира

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли свободного (дестабилизированного) жира при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли свободного (дестабилизированного) жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
0,10—15,00	0,12	0,28	0,20

6.6.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения в анализируемой пробе массовой доли свободного (дестабилизированного) жира, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725—6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

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

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли свободного (дестабилизированного) жира в анализируемой пробе продукта, полученные в условиях повторяемости, %;

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

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

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

6.6.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения в анализируемой пробе продукта массовой доли свободного (дестабилизированного) жира, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

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

$$|X_1' - X_2'| \le R,$$

где X_1', X_2' — значения двух определений массовой доли свободного (дестабилизированного) жира в анализируемом продукте, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

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

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

6.7 Оформление результатов измерений

Результат определения массовой доли свободного (дестабилизированного) жира в анализируемом продукте представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

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

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, % (таблица 1).

7 Качественный экспресс-метод определения свободного (дестабилизированного) жира

Метод распространяется на молоко сырое, молоко питьевое и молочный напиток.

7.1 Сущность метода

Метод основан на определении объема расплавленного жира, выделившегося в жиромере при определенном режиме центрифугирования.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более 0,6 мг по документации изготовителя.

Жиромеры 1-6, 1-7, 2-0,5 по ГОСТ 23094.

Пробки резиновые для жиромеров.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры (65 ± 2) °С.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостной (нертутный) диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга для измерения массовой доли жира молока и молочных продуктов по НД с частотой вращения не менее 1000 об./мин$^{-1}$.

Колбы 1-100-2, 2-100-2 ТХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 1-2-10, 1-2-10,77 по ГОСТ 29169.

Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, ч.д.а, раствор массовой концентрации 200,0 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Судан III, спиртовой раствор массовой концентрации 10,0 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.3 Подготовка к выполнению измерений

7.3.1 Приготовление спиртового раствора судана III массовой концентрации 10,0 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,000 ± 0,001) г судана III, добавляют небольшое количество этилового спирта и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят спиртом до метки.

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

7.3.2 Приготовление раствора натрия хлористого массовой концентрации 200 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (20,000 ± 0,001) г хлористого натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

7.4 Проведение измерений

7.4.1 В два жиромера отмеривают по 10 см^3 дистиллированной воды температурой (65 ± 2) °С, 10,77 см^3 анализируемой пробы продукта и 1 см^3 раствора судана III (7.3.1).

7.4.2 Жиромеры закрывают пробками и переворачивают 4—5 раз так, чтобы жидкости в нем полностью перемешались. Жиромеры устанавливают пробками вниз в водяную баню температурой (65 ± 2) °С и выдерживают в течение 5 мин. При этом уровень воды в бане должен быть несколько выше уровня смеси в жиромере.

После термостатирования жиромеры центрифугируют 5 мин.

7.4.3 По окончании центрифугирования жиромеры охлаждают под струей проточной воды и, осторожно вынимая пробку, сливают неокрашенную жидкость так, чтобы окрашенный жировой слой остался в градуированной части жиромера.

Жиромеры доливают раствором хлористого натрия (7.3.2) температурой (65 ± 2) °С до исходного объема, закрывают пробками, аккуратно перемешивают, переворачивая, и вновь центрифугируют 5 мин.

7.4.4 Затем проводят отсчет показаний жиромеров. При этом граница раздела жира и раствора должна быть резкой, а столбик жира — прозрачным, ярко-оранжевого цвета. Если граница раздела жира и раствора получилась размытой и ярко-оранжевого окрашивания нет, то содержание дестабилизированного жира не превышает 0,1 %.

7.4.5 При содержании свободного жира менее 0,1 % используют жиромеры для обезжиренного молока. Порядок работы при этом следующий.

Плотно закрывают маленькой резиновой пробкой верхнее узкое отверстие жиромера. Затем в жиромер помещают 20 см^3 дистиллированной воды температурой (65 ± 2) °С, 10,77 см^3 анализируемой пробы продукта и 2 см^3 раствора судана III (7.3.1).

Затем определение проводят, как предусмотрено в 7.4.2—7.4.3, применяя двукратное центрифугирование.

7.4.6 Для облегчения регулирования уровня жидкости в жиромере слегка приоткрывают маленькую пробку, не вынимая совсем, и с помощью большой пробки устанавливают верхний уровень в градуированной части жиромера.

Если граница раздела жира и раствора получилась нечеткой и ярко-оранжевого окрашивания нет, то содержание свободного (дестабилизированного) жира не превышает 0,01 %.

8 Требования безопасности

8.1 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 Р 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.

8.2 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Библиография

[1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, свободный (дестабилизированный) жир, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, обработка результатов измерений, содержание, контроль точности результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.10.2013. Подписано в печать 24.10.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,37. Тираж 148 экз. Зак. 1223.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru