ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 2446— 2011

МОЛОКО

Метод определения содержания жира

ISO 2446:2008
Milk — Determination of fat content
(IDT)

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», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») и Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» Россельхозакадемии (ГНУ «ВНИИМС» Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 октября 2011 г. № 440-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 2446:2008 «Молоко. Метод определения содержания жира» (ISO 2446:2008 «Milk — Determination of fat content»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2013 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012
© 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 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование 3
7 Отбор проб 5
8 Приготовление пробы для испытания 5
9 Методика испытания цельного и частично обезжиренного молока 5
10 Выражение результатов 6
11 Модифицированная процедура для молока, содержащего консерванты 7
12 Модифицированная процедура определения содержания жира молока после гомогенизации 7
13 Модифицированная процедура определения содержания жира в обезжиренном молоке 7
14 Протокол испытаний 8
Приложение А (обязательное) Процедура проверки вместимости пипетки для молока 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 10
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО

Метод определения содержания жира

Milk. Method for determination of fat content

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к методу Гербера для определения содержания жира в молоке и включает требование по определению подходящей вместимости пипетки для молока с целью расчета поправок, которые необходимо внести в результаты, если содержание жира в молоке не соответствует базисной жирности (6.1).

Метод проверки вместимости пипетки для молока указан в приложении А.

Метод применим для определения содержания жира в молоке, цельном или частично обезжиренном, сыром или пастеризованном.

Допускается применение метода:

- к молоку, содержащему консерванты (раздел 11);
- молоку, подвергшемуся процессу гомогенизации, стерилизованному молоку и молоку после высокотемпературной пастеризации (раздел 12);
- обезжиренному молоку (раздел 13).

Примечание — Результат, полученный методом, указанным в разделе 12 (модифицированный метод для молока после гомогенизации), может быть несколько выше.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы необходимы для применения настоящего стандарта.

ИСО 488 Молоко. Определение содержания жира. Бутирометры Гербера

ИСО 1211 Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **метод Гербера** (Gerber method): Эмпирический метод, который дает значение содержания жира, выраженное или как массовая доля, или как массовая концентрация — в зависимости от вместимости используемой пипетки для молока — т. е. такое же значение, которое получено при использовании контрольного метода, указанного в ИСО 1211.

Примечание — Массовая доля выражается в граммах жира на 100 г молока, а массовая концентрация — в граммах жира на 100 $см^3$ молока.

Издание официальное

4 Сущность метода

Молочный жир в бутирометре отделяют путем центрифугирования после растворения белка серной кислотой, отделению способствует добавление небольшого количества изоамилового спирта. Градуировка бутирометра позволяет сразу же считывать показатель содержания жира.

5 Реактивы

Если не указано иначе, при проведении анализа используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

5.1 Серная кислота

5.1.1 Требования

Плотность серной кислоты при 20 °С должна составлять (1,816 ± 0,004) г/см^3, что приблизительно соответствует массовой доле H_2SO_4 (90,4 ± 0,8) %. Кислота должна быть бесцветной или не темнее по цвету светлого янтаря, в ней не должно быть взвешенных примесей, и она должна быть пригодна для использования при испытании, как указано в 5.1.2.

5.1.2 Проверка на пригодность

5.1.2.1 Цель проверки

Серная кислота может отвечать требованиям к плотности и прозрачности, изложенным в 5.1.1, и все же быть непригодной для использования в методе Гербера. Поэтому перед использованием следует проверить кислоту на пригодность путем сравнения со стандартной серной кислотой.

5.1.2.2 Стандартная серная кислота

В дистиллированную воду добавляют серную кислоту [например, $w(H_2SO_4)$ = 98 % массовой доли; ρ_{20} = 1,84 г/см^3] для получения раствора плотностью в диапазоне, указанном в 5.1.1.

Примечание — Приблизительно 1 дм^3 стандартной серной кислоты можно получить, добавив 908 см^3 серной кислоты массовой долей 98 % к 160 см^3 воды, проверяя плотность разбавленной кислоты подходящим ареометром и при необходимости регулируя плотность добавлением небольших объемов воды или кислоты массовой долей 98 %.

5.1.2.3 Процедура сравнения

Проводят два параллельных определения содержания жира четырех проб цельного молока с базисным содержанием жира по указанному методу Гербера, используя бутирометры с погрешностью показания менее 0,01 % и стандартный изоамиловый спирт (5.2.6.2). В одном из определений используют 10 см^3 серной проверяемой кислоты, а в другом — 10 см^3 стандартной серной кислоты (5.1.2.2). После встряхивания бутирометров считывают показания с точностью до 0,01 % жира (показания должны быть сняты по крайней мере двумя лицами). Среднее значение содержания жира четырех проб молока, полученное с помощью проверяемой серной кислоты, не должно более чем на 0,015 % отличаться от среднего значения, полученного при использовании стандартной серной кислоты.

5.2 Изоамиловый спирт

5.2.1 Состав

Не менее 98 % объемной доли изоамилового спирта должно состоять из первичных спиртов — 3-метилбутан-1-ола и 2-метилбутан-1-ола, допустимые примеси — 2-метилпропан-1-ол и бутан-1-ол.

Спирт не должен содержать вторичные пентанолы, 2-метилбутан-2-ол фуран-2-аль (фурфурол, фуран-2-карбоксальдегид, 2-фуральдегид), бензин (моторный бензин) и производные бензола. Допускается присутствие незначительного количества воды.

5.2.2 Физическое состояние

Изоамиловый спирт должен быть прозрачным и бесцветным.

5.2.3 Плотность

При температуре 20 °С изоамиловый спирт должен иметь плотность от 0,808 до 0,818 г/см^3.

5.2.4 Фурфурол-2 и другие органические включения

При добавлении 5 см^3 изоамилового спирта к 5 см^3 серной кислоты (5.1) должен появиться только желтый или светло-коричневый цвет.

5.2.5 Температурный интервал при дистилляции

В процессе дистилляции изоамилового спирта при давлении 101,3 кПа[1)] не менее 98 % объемной доли должно перегоняться при температуре от 128 °С до 132 °С и не менее 5 % объемной доли — при температуре ниже 128 °С. После дистилляции не должно быть никакого сухого остатка.

Если во время дистилляции атмосферное давление ниже или выше 101,3 кПа, приведенные температуры должны соответственно понижаться или повышаться на 0,3 °С/кПа.

5.2.6 Проверка на пригодность

5.2.6.1 Цель проверки

Изоамиловый спирт может отвечать требованиям, изложенным в 5.2.1—5.2.5, и все же быть непригодным для метода Гербера. Поэтому следует проверить пригодность изоамилового спирта до его использования, проведя следующую сравнительную проверку со стандартным амиловым спиртом.

5.2.6.2 Стандартный изоамиловый спирт

Проводят дистилляцию изоамилового спирта, отвечающего требованиям 5.2.1—5.2.5, пользуясь подходящей колонкой для фракционирования, и собирают фракции в диапазоне кипения от 128 °С до 131,5 °С (см. 5.2.5, абзац 2). Проводят следующие проверки фракций:

a) при анализе методом газожидкостной хроматографии не менее 99 % объемной доли должно состоять из 3-метилбутан-1-ола и 2-метилбутан-1-ола. Кроме 2-метилпропана-1-ола и бутан-1-ола не должны присутствовать следы других посторонних примесей;

b) при дистилляции по фракциям первые 10 % и последние 10 % при сравнении с процедурой, описанной в 5.2.6.3, должны показать значения содержания жира в молоке, которые будут отличаться не более чем на 0,015 %.

Если фракция отвечает обеим проверкам, то спирт может считаться стандартным изоамиловым спиртом. Стандартный изоамиловый спирт можно использовать в течение нескольких лет при условии, что он будет храниться в темном прохладном месте.

5.2.6.3 Процедура сравнения

Проводят два параллельных определения содержания жира четырех проб цельного молока с базисной жирностью по указанному методу Гербера, используя бутирометры с погрешностью показания менее 0,01 % и стандартную серную кислоту (5.1.2.2). В одном из определений используют 1 $см^3$ проверяемого изоамилового спирта, а в другом — 1 $см^3$ стандартного изоамилового спирта (5.2.6.2).

После встряхивания бутирометров считывают показания с точностью до 0,01 % жира (показания должны быть сняты по крайней мере двумя лицами).

Среднее значение содержания жира четырех проб молока, полученное с помощью проверяемого изоамилового спирта, не должно более чем на 0,015 % отличаться от среднего значения, полученного при использовании стандартного изоамилового спирта.

Вместо указанного изоамилового спирта можно использовать искусственный изоамиловый спирт или заменитель изоамилового спирта, при желании окрашенный, и при условии, что было проверено и продемонстрировано экспериментальным путем, что их применение не вызывает значительной разницы в результатах.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, нижеприведенное.

6.1 Пипетка для молока

6.1.1 Пипетка для молока шарового типа должна иметь одну линию градуировки, ее вместимость определяют как объем воды в $см^3$ при 20 °С (27 °С в тропических странах), как указано в приложении А.

Вместимость пипетки, определенная методом, указанным в приложении А, не должна отличаться от номинальной вместимости, установленной согласно 6.1.3, более чем на 0,03 $см^3$.

6.1.2 Вместимость пипетки должна быть такой, чтобы при ее использовании в соответствии с 9.2 (т. е. использования верха мениска молока при подгонке уровня молока к линии градуировки) и при любом методе выражения результата (см. раздел 3) полученное значение содержания жира согласовывалось со значением содержания жира, полученным посредством контрольного метода, использующего цельное молоко, содержание жира в котором эквивалентно принятой базисной жирности молока.

Некоторые молочные пипетки позволяют увидеть дно мениска молока во время пипетирования. При использовании подобных пипеток с молоком среднего содержания жира их вместимость должна отвечать требованиям предыдущего абзаца.

[1)] 1 кПа = 10 мбар.

6.1.3 В каждой лаборатории должна быть установлена соответствующая вместимость молочной пипетки (см. 6.1.1 и 6.1.2) путем проведения сравнительных определений с использованием метода Гербера и контрольного метода, указанного в ИСО 1211 на большом числе образцов цельного молока с широким диапазоном содержания жира. Статистический анализ результатов этих определений вместе со знанием базисной жирности молока в стране должен использоваться для установления подходящей вместимости молочной пипетки. Эти сравнительные определения, проведенные на цельном молоке, вместе с аналогичными определениями, проведенными на частично обезжиренном молоке и обезжиренном молоке, также дадут поправки, которые можно применить к результатам описанного метода Гербера, когда молоко не имеет базисной жирности. Эти сравнительные определения проводят с использованием бутирометров, погрешности показания шкалы которых не превышают 0,01 % содержания жира, и показания округляются с точностью до 0,01 %.

6.1.4 Если значение содержания жира молока должно быть выражено в граммах жира на 100 $см^3$ молока, следует определить основу сравнения с контрольным методом.

6.2 Бутирометр и пробка по ИСО 488.

Используют бутирометр, градуировка шкалы которого является наиболее пригодной для ожидаемого содержания жира в молоке. Для обезжиренного молока используют бутирометр с показаниями содержания жира от 0 % до 0,5 %.

При рифленом горлышке бутирометра можно использовать пробки с замком или одно-, двухсторонние прочные резиновые пробки.

При гладком горлышке предпочтение отдают пробкам с замком.

6.3 Автоматическое дозирующее устройство или безопасная пипетка для подачи (10,0 ± 0,2) $см^3$ серной кислоты (5.1), а в случае обезжиренного молока — (20,0 ± 0,2) $см^3$.

6.4 Автоматическое дозирующее устройство или безопасная пипетка для подачи (1,00 ± 0,05) $см^3$ изоамилового спирта (5.2), а в случае частично обезжиренного молока — (2,0 ± 0,2) $см^3$.

6.5 Защищенный штатив для встряхивания бутирометров (6.2).

6.6 Центрифуга, в которой могут вращаться бутирометры, оснащенная индикатором частоты вращения, градуированным на число оборотов в минуту с максимальным допуском ± 50 об/мин, предпочтителен тип с вертикальной, а не с горизонтальной загрузкой.

Конструкция центрифуги должна быть такой, чтобы по окончании центрифугирования (см. 9.6) температура содержимого бутирометра была от 30 °С до 50 °С.

При полной нагрузке центрифуга должна создавать в течение 2 мин относительное центробежное ускорение (350 ± 50) g на внешнем конце пробки бутирометра. Это ускорение создается центрифугами со следующими эффективными радиусами (горизонтальное расстояние между центром оси центрифуги и внешним концом пробки бутирометра), работающими с частотой вращения, указанной в таблице 1.

Таблица 1 — Эффективный радиус центрифуги и частота вращения для создания центробежного ускорения (350 ± 50) g

Эффективный радиус, мм	Обороты в минуту при погрешности ± 70 об/мин
240	1140
245	1130
250	1120
255	1110
260	1100
265	1090
270	1080
275	1070
300	1020
325	980

Примечание — Относительное центробежное ускорение, создаваемое в центрифуге, вычисляют по формуле

$$1{,}12rn^2 \cdot 10^{-6}, \quad (1)$$

где r — эффективный горизонтальный радиус, мм;

n — частота вращения, об/мин.

6.7 Водяная баня для бутирометров, поддерживающая температуру (65 ± 2) °С, и в которой бутирометры (6.2) могут располагаться в вертикальном положении, а их шкала должна быть полностью погружена в воду.

6.8 Термометр, который можно опускать в водяную баню (6.7).

6.9 Водяная баня, если необходимо, для подготовки проб для испытания (см. 8.1).

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в [1].

Важно, чтобы в лабораторию была поставлена проба, которая в полной мере представительна и не была повреждена или изменена в процессе транспортирования или хранения.

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Регулируют температуру лабораторной пробы до 20 °С—30 °С, пользуясь при необходимости водяной баней. Тщательно, но осторожно перемешивают молоко, многократно переворачивая колбу с пробой, не допуская пенообразования или сбивания. При возникновении трудностей в диспергировании слоя сливок или появлении следов легкой пены медленно нагревают молоко до 34 °С—40 °С в водяной бане при осторожном помешивании. При необходимости можно использовать подходящее перемешивающее устройство для диспергирования жира. После достижения равномерного распределения жира быстро регулируют температуру молока приблизительно до 20 °С (приблизительно до 27 °С в тропических странах, где молочная пипетка откалибрована на эту температуру). Дают молоку отстояться после последней регулировки температуры, чтобы поднялись воздушные пузырьки. В нормальных условиях для этого достаточно 3—4 мин. Но если использовалось перемешивающее устройство, то для этого может потребоваться до 2 ч, с дальнейшей регулировкой температуры.

Примечание — Если после приготовления пробы на стенках колбы видны белые частицы или на поверхности пробы виден жидкий жир, получить надежное значение содержания жира не представляется возможным.

8.2 Немедленно после приготовления пробы для испытания следует проводить процедуру, описанную в разделах 9, 11, 12 или 13, без перерыва до ее завершения.

9 Методика испытания цельного и частично обезжиренного молока

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Следует принять такие меры предосторожности, как использование защитных масок на лицо во избежание случайного попадания брызг серной кислоты.

9.1 Отмеряют (10,0 ± 0,2) $см^3$ серной кислоты (5.1) в бутирометр (6.2), используя автоматическое дозирующее устройство или безопасную пипетку (6.3) таким образом, чтобы кислота не попала на горлышко бутирометра или не захватила воздух.

9.2 Осторожно три-четыре раза переворачивают колбу с приготовленной пробой (раздел 8) и немедленно отмеряют требуемый объем молока в бутирометр следующим образом.

Набирают часть пробы молока в пипетку (6.1), пока его уровень не станет немного выше линии градуировки, вытирают молоко с наружной стороны пипетки. Удерживая пипетку вертикально, при этом линия градуировки находится на уровне глаз, а кончик пипетки касается внутренней части горлышка наклоненной колбы с пробой, выпускают молоко из пипетки до тех пор, пока верх мениска (не дно мениска, которое плохо видно) не совпадет с линией градуировки (см. 6.1.2, абзац 2).

Вынимают пипетку из колбы с пробой. Затем, удерживая бутирометр в вертикальном положении, а пипетку под углом 45°, причем выпускное отверстие пипетки находится ниже шейки горлышка бутирометра, аккуратно выпускают молоко внутрь бутирометра так, чтобы оно образовало слой на поверхности кислоты, по возможности не смешиваясь с кислотой. После истечения молока выжидают 3 с, касаются кончиком пипетки шейки горлышка и затем вынимают пипетку. Следует принять меры по предотвращению смачивания горлышка бутирометра молоком.

9.3 Отмеряют (1,00 ± 0,05) $см^3$ изоамилового спирта (5.2) в бутирометр, пользуясь автоматическим дозатором или безопасной пипеткой (6.4).

Не допускается смачивать горлышко бутирометра изоамиловым спиртом и на этой стадии следует избегать смешивания жидкостей в бутирометре.

9.4 Надежно закупоривают бутирометр, не нарушая его содержимого. Если используется двухсторонняя пробка, ее вкручивают до тех пор, пока самая широкая часть не достигнет верхнего уровня горлышка. При использовании пробки с замком ее вставляют так, чтобы ободок пробки соприкасался с горлышком бутирометра.

9.5 Встряхивают и переворачивают бутирометр, находящийся в защитном штативе (6.5) на случай поломки или ослабления пробки, для тщательного перемешивания его содержимого и полного растворения белка, т. е. пока не останется белых частиц.

9.6 Немедленно помещают бутирометр в центрифугу (6.6), приводят центрифугу в рабочий режим со скоростью, обеспечивающей относительное центробежное ускорение (350 ± 50) g за 2 мин, и затем удерживают эту скорость в течение 4 мин.

9.7 Вынимают бутирометр из центрифуги и при необходимости регулируют пробку с тем, чтобы на шкале был столбик жира. Помещают бутирометр вниз пробкой в водяную баню (6.7) температурой (65 ± 2) °С на период от 3 до 10 мин; уровень воды должен быть выше верха колонки жира.

9.8 Вынимают бутирометр из водяной бани и тщательно регулируют пробку, чтобы разместить низ столбика жира при минимальном движении колонки по верхнему краю линии градуировки, предпочтительно основной линии градуировки. При использовании твердой резиновой пробки регулировку лучше проводить, слегка извлекая пробку, а не ввинчивая ее глубже в горлышко. При использовании пробки с замком следует вставить ключ и, прилагая достаточное усилие, поднять столбик жира до необходимого уровня.

Записывают показание шкалы, совпадающее с нижней частью столбика жира, и затем осторожно, чтобы не сдвинуть столбик, как можно быстрее записывают показание шкалы, совпадающее с самой нижней точкой мениска жира наверху столбика жира. Снимают показания наверху столбика с точностью до половины наименьшего деления. Во время снятия показания бутирометр следует держать вертикально, снимаемое показание должно находиться на уровне глаз. Регистрируют разницу между двумя показаниями (см. 10.1).

Примечание — Если жир в столбике окажется мутным или в нижней части столбика окажутся частицы черного или белого материала, полученное значение содержания жира является недостоверным.

9.9 Если необходимо проверить полученное значение, вновь помещают бутирометр в водяную баню (6.7) температурой (65 ± 2) °С на период от 3 до 10 мин, а затем вынимают его и снова снимают показания, как указано в 9.8.

9.10 Следует проводить периодические сравнительные определения с помощью метода Гербера, указанного в настоящем стандарте, и контрольного метода, определенного в ИСО 1211, чтобы убедиться, что метод Гербера удовлетворяет определению по 3.1.

10 Выражение результатов

10.1 Содержание жира в молоке C, выраженное в граммах на 100 см^3 молока в соответствии с единицами на шкале молочной пипетки, вычисляют по формуле

$$C = B - A, \qquad (2)$$

где A — показание в нижней части столбика жира;

B — показание в верхней части столбика жира.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными за короткий промежуток времени с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одинаковом оборудовании, не должно превышать значение, соответствующее одному наименьшему делению шкалы бутирометра. При использовании бутирометров с погрешностью шкалы менее 0,01 % (например, см. 6.1.2) расхождение между результатами двух определений, полученными как описано выше, не должно превышать значение, соответствующее половине наименьшего деления шкалы.

10.3 Корректировка результатов

Если полученное значение выходит за диапазон получаемых результатов согласно контрольному методу, при желании можно выполнить соответствующую корректировку (см. 6.1.3).

10.4 Особая точность

Для сравнительных определений, указанных в 9.10, и для других специальных случаев, которые требуют получения наиболее точного значения содержания жира по Герберу, следует использовать

бутирометры с погрешностью шкалы менее 0,01 % и снимать показания бутирометра с точностью до 0,01 % жира. При необходимости проводят корректировку, как описано в 10.3.

11 Модифицированная процедура для молока, содержащего консерванты

11.1 В некоторых случаях к цельному и низкожирному молоку, сырому или пастеризованному, в которое были добавлены консерванты [например, бихромат калия, хлорид ртути (II), или их смесь], применяется следующая процедура. Эта процедура применима только в тех случаях, когда концентрация консервантов в молоке и продолжительность и условия хранения консервированного молока таковы, что результат определения будет таким же, какой можно получить на свежем молоке, не содержащем консерванты.

Если молоко, содержащее консерванты, подверглось процессу гомогенизации, проводят процедуру, описанную в разделе 12, но при необходимости следует обеспечить полное растворение белка на определенном этапе процедуры, как указано в 11.4.

Если молоко, содержащее консерванты, является обезжиренным молоком, проводят процедуру, описанную в разделе 13, но при необходимости следует обеспечить полное растворение белка на определенном этапе процедуры, как указано в 11.4.

11.2 Используют реактивы и аппаратуру, описанные в разделах 5 и 6 соответственно.

11.3 Готовят пробу для испытания, как указано в разделе 8. Для полного расслоения сливок молоко с консервантами обычно следует медленно подогревать до 35 °С—40 °С.

11.4 Проводят процедуру, описанную в разделе 9. При использовании молока с консервантами могут возникнуть некоторые трудности в достижении полного растворения белка (см. 9.5). В этом случае помещают бутирометр пробкой вниз на водяную баню (6.7) при температуре (65 ± 2) °С, время от времени встряхивая и переворачивая его, пока не исчезнут белые частицы. Затем проводят процедуру, как указано в 9.6—9.9.

Если время, необходимое для растворения белка на водяной бане, превысит 10 мин, этот метод не даст точного результата и неприменим для данной пробы.

11.5 Вычисляют содержание жира в молоке, как указано в 10.1. Применимы требования 10.2—10.4.

12 Модифицированная процедура определения содержания жира молока после гомогенизации (см. примечание к разделу 1)

12.1 Используют реактивы и аппаратуру, указанные в разделах 5 и 6 соответственно.

12.2 Готовят пробу для испытания, как указано в разделе 8.

12.3 Проводят процедуру, описанную в 9.1—9.8, и получают первое значение содержания жира.

Если одновременно исследуют ряд проб, для первой пробы начинают снимать показания спустя 3 мин. После снятия показаний возвращают бутирометр на водяную баню (6.7) при температуре (65 ± 2) °С. Количество бутирометров не должно превышать то, с которых можно снять показания в течение периода времени, указанного в 9.7.

12.4 Повторяют процедуру, указанную в 9.6—9.8, и получают второе значение содержания жира. Если второе значение не превышает первое значение более чем на половину наименьшего деления шкалы, второе значение должно быть зарегистрировано как показатель содержания жира в молоке.

12.5 Если второе значение превышает первое значение более чем на половину наименьшего деления шкалы, повторяют процедуру, указанную в 9.6—9.8, и получают третье значение содержания жира в молоке. Если третье значение не превышает второе значение более чем на половину наименьшего деления шкалы, третье значение должно быть зарегистрировано как показатель содержания жира в молоке.

12.6 Если третье значение превышает второе значение более чем на половину наименьшего деления шкалы, повторяют процедуру, указанную в 9.6—9.8, и получают четвертое значение содержания жира в молоке. Четвертое значение должно быть зарегистрировано как показатель содержания жира в молоке, но если это значение превышает третье значение больше чем на половину наименьшего деления шкалы, его точность следует считать сомнительной.

12.7 Вычисляют содержание жира в молоке, как указано в 10.1. Применяют требования 10.2—10.4.

Примечание — Если после неоднократного центрифугирования столбик жира окажется мутным или темным или на дне столбика будут частицы черного или белого материала, полученное значение содержания жира является неточным.

13 Модифицированная процедура определения содержания жира в обезжиренном молоке

13.1 Используют автоматическое дозирующее устройство или безопасные пипетки (6.3 и 6.4) для подачи (20,0 ± 0,2) см^3 серной кислоты (5.1) и (2,00 ± 0,05) см^3 изоамилового спирта (5.2) соответственно в бутирометр с диапазоном измерения содержания жира от 0 % до 0,5 % (6.2).

13.2 Используя пипетку для молока (6.1), добавляют в бутирометр часть пробы для испытания в двойном объеме (2 · 10,77 см^3), подготовленной, как указано в разделе 8, при температуре 20 °С.

13.3 Проводят процедуру, как описано в 9.1—9.7. Затем извлекают бутирометр из водяной бани, немедленно проводят центрифугирование (9.6) и регулируют температуру (9.7), затем продолжают процедуру, как указано в 9.8—9.10.

13.4 Вычисляют явное содержание жира в молоке, как указано в 10.1. Применяют соответствующую корректировку, установленную статистическим анализом результатов сравнительных определений, полученных на пробах обезжиренного молока с различным содержанием жира с помощью метода Гербера (10.3) и контрольного метода Розе-Готлиба согласно ИСО 1211 (6.1.3).

Если количество жира в бутирометре недостаточно для снятия показаний, то содержание жира нельзя вычислить, как указано в 10.1; в таком случае указывают явное количество жира как например: «ноль», «следы», «часть мениска».

14 Протокол испытания

В протокол испытания следует включить следующую информацию:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытания вместе со ссылкой на настоящий стандарт;
- все рабочие детали, не указанные в настоящем стандарте, или считающиеся необязательными, вместе с подробностями любых инцидентов, которые могут повлиять на результат(ы);
- полученный(е) результат(ы) испытания;
- метод расчета содержания жира (как массовая доля или массовая концентрация);
- вместимость пипетки для молока;
- диапазон шкалы бутирометра;
- был ли скорректирован результат или нет, как указано в 10.3, и была ли выполнена процедура, описанная в 10.4;
- любые наблюдения, указывающие на сомнительную точность результата (например, см. примечания к 8.1, 9.8 и 12.7, второй абзац в 11.4 и 12.6).

Приложение А
(обязательное)

Процедура проверки вместимости пипетки для молока

А.1 Выполняют следующие процедуры при комнатной температуре, вода и пипетка также комнатной температуры.

А.2 Набирают в чисто вымытую пипетку для молока дистиллированную воду, пока уровень воды не превысит на несколько миллиметров линию градуировки, затем удаляют лишнюю воду с наружной стороны пипетки. При вертикальном положении пипетки и линии градуировки на уровне глаз выпускают воду из пипетки, пока нижняя точка мениска не совпадет с линией градуировки. Мгновенно прикоснувшись кончиком пипетки к внутренней части наклоненного химического стакана, удаляют остатки воды с кончика выпускного отверстия пипетки.

А.3 При вертикальном положении пипетки, кончик которой касается внутренней части сосуда для взвешивания (предварительно взвешенного), плавно выпускают воду из пипетки, пока не прекратится видимое вытекание воды. Затем, спустя 3 с, убирают сосуд, закупоривают его, взвешивают и вычисляют объем воды, выпущенной из пипетки. Регистрируют температуру воды с точностью до 0,1 °С. С помощью соответствующих таблиц, используемых для калибровки мерной химической посуды, вычисляют вместимость пипетки, выражаемую как объем воды в миллилитрах при температуре 20,0 °С (27,0 °С в тропических странах), помещающийся в пипетке.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 488:1987	—	*
ИСО 1211:1980	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

[1] ИСО 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

УДК 637.11.001:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, молочный жир, метод Гербера, отбор проб, определение жира в бутирометре

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 27.05.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 59 экз. Зак. 570.

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