ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54761— 2011

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Методы определения массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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—004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (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 13 декабря 2011 г. № 950-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «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

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 и подготовка проб к определению 2
5 Условия проведения измерений 3
6 Определение массовой доли СОМО в молочном сырье (сырое молоко, сырые сливки, обезжиренное молоко, концентрированное молоко) и молочных продуктах 3
7 Определение массовой доли СОМО в продуктах молокосодержащих и молочных составных . . . 3
8 Определение массовой доли СОМО в пастах на молочной основе 4
9 Проверка приемлемости результатов определений 5
10 Оформление результатов определений 6
11 Требования, обеспечивающие безопасность 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Методы определения массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка

Milk and milk products. Methods for determination of dry skim dairy residue mass-fraction

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочную продукцию (далее — продукт) и устанавливает методы определения массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО).

Настоящий стандарт не распространяется на продукты маслоделия и сыры.

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

ГОСТ Р 53752—2009 Молоко и молочная продукция. Определение содержания консервантов и красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

ГОСТ Р 53753—2009 Молоко и молочная продукция. Определение содержания стабилизаторов методом газовой хроматографии

ГОСТ Р 54667—2011 Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли сахаров

ГОСТ Р 54668—2011 Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества

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 5867—90 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

Издание официальное

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

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

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие 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 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29246—91 Консервы молочные сухие. Методы определения влаги

ГОСТ 29247—91 Консервы молочные. Методы определения жира

ГОСТ 29248—91 Консервы молочные. Йодометрический метод определения сахаров

ГОСТ 30305.1—95 Консервы молочные сгущенные. Методики выполнения измерений массовой доли влаги

ГОСТ 30305.2—95 Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений массовой доли сахарозы (поляриметрический метод)

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 нормативным правовым актом Российской Федерации [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

сухой молочный остаток: Все химические составные части молока, которые остаются после удаления из него влаги.

сухой обезжиренный молочный остаток (СОМО): Составные части молока, за исключением жира и воды.

4 Отбор и подготовка проб к определению

4.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809 со следующим дополнением.

Продукты без пищевкусовых добавок или содержащие ароматизаторы, пищевкусовые добавки, образующие с продуктом однородную структуру (кофе, какао, фруктово-ягодные наполнители и т. д.), и неотделяемые пищевкусовые компоненты освобождают от упаковки, помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$ и нагревают на водяной бане до температуры (25 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем до получения однородной смеси, не допуская разжижения продукта и освобождаясь от воздушных пузырьков.

Творог и творожные продукты помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают.

Лабораторную пробу сухих продуктов помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают.

Продукт, содержащий фруктовые (овощные и др.) наполнители, нагревают на водяной бане до температуры (32 ± 2)°С, после чего полностью переносят из упаковки в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 $мин^{-1}$ до получения однородной массы.

Подготовленную пробу для анализа переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$ и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Во избежание расслоения пробу для анализа отбирают сразу же после гомогенизации.

Продукты с отделяемыми пищевкусовыми компонентами и декорированные (орехи, фруктовые наполнители в виде кусочков, печенье, вафли в виде декора, глазурь, начинки и другие отделяемые компоненты) вначале максимально полно освобождают от наполнителей, глазури и декора.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:
температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 2) °С;
относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;
атмосферное давление . . . . . (95 ± 10) кПа;
частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

6 Определение массовой доли СОМО в молочном сырье (сырое молоко, сырые сливки, обезжиренное молоко, концентрированное молоко) и молочных продуктах

6.1 Массовую долю сухого вещества в продукте определяют высушиванием анализируемой пробы при температуре (102 ± 2) °С в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54668, а для молочных консервов — вычислением по ГОСТ 29246, ГОСТ 30305.1.

Массовую долю жира в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 5867, ГОСТ 29247.

Массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка X, %, вычисляют по формуле

$$X = X_{св} - X_{ж}, \quad (1)$$

где $X_{св}$ — массовая доля сухого вещества в пробе, %;

$X_{ж}$ — массовая доля жира в пробе, %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 9.

6.2 Метрологические характеристики

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения сухого обезжиренного молочного остатка в молочном сырье и молочных продуктах при P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли СОМО, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
0,5—99,0	0,2	0,6	0,4

7 Определение массовой доли СОМО в продуктах молокосодержащих и молочных составных

7.1 Массовую долю сухого вещества в продукте определяют по ГОСТ Р 54668, а для молочных консервов — по ГОСТ 29246, ГОСТ 30305.1.

Массовую долю жира в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 5867, ГОСТ 29247.

Массовую долю сахарозы в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54667, ГОСТ 29248, ГОСТ 30305.2.

Массовую долю консервантов и красителей в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 53752.

Массовую долю стабилизаторов в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 53753.

Массовую долю наполнителей, глазури и т. д. в продукте определяют в соответствии с требованиями нормативной документации на конкретный вид продукта.

Массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = X_{1св} - X_{1ж} - X_{1с} - X_{1нк}, \quad (2)$$

где $X_{1св}$ — массовая доля сухого вещества в пробе, %;

$X_{1ж}$ — массовая доля жира в пробе, %;

$X_{1с}$ — массовая доля сахара в пробе, %;

$X_{1нк}$ — массовая доля немолочных компонентов в пробе, %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 9.

7.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения сухого обезжиренного молочного остатка в продуктах молокосодержащих и молочных составных при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли СОМО, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
0,5—99,0	0,2	1,5	1,0

8 Определение массовой доли СОМО в пастах на молочной основе

Метод может применяться при возникновении разногласий в оценке качества продукта (в качестве арбитражного).

8.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании анализируемой пробы при постоянной температуре.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры до 105 °С с допустимой погрешностью ± 2 °С.

Термометр жидкостный (нертутный) с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр жидкостный (нертутный) с диапазоном измерений от 100 °С до 200 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор по ГОСТ 23932 или ГОСТ 25336.

Силикагель.

Индикатор влажности.

Чашки стеклянные лабораторные по ГОСТ 23932 или ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные 2, 3 по ГОСТ 9147.

Фильтры стеклянные и изделия с фильтрами класса ПОР250 или ПОР 160 по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Колбы с тубусом по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Мешалка механическая.

Эфир петролейный, ч. д. а., с температурой кипения от 30 °С до 60 °С, высушенный над обезвоженным сульфатом натрия.

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

8.3 Подготовка к проведению измерений

Пробу нагревают до температуры (28 ± 2)°С, обеспечивающей гомогенное состояние при перемешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают при постоянном перемешивании до температуры (20 ± 2) °С.

8.4 Проведение измерений

Чашку и тигель высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 2) °С и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

В охлажденную чашку помещают около 10 г пробы, взвешенной с записью результата до четвертого десятичного знака.

Осторожно нагревают чашку, растапливают продукт, продолжают нагревание до тех пор, пока продукт перестанет пениться, не допуская при этом перегрева.

Чашку с содержимым охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 2) °С. Добавляют от 20 см^3 до 25 см^3 петролейного эфира и растворяют жир в пробе легким перемешиванием. Раствор и осадок переливают в тигель с использованием вакуумного насоса для фильтрования.

Обработку петролейным эфиром и переливание раствора и осадка в тигель повторяют пять раз. Чашку и тигель сушат при температуре (102 ± 2) °С в течение (120 ± 5) мин, охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 2) °С и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение (30 ± 1) мин до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Сушку, охлаждение и взвешивание повторяют через (30 ± 1) мин до получения постоянной массы пробы (разница массы пробы между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г).

8.5 Обработка результатов измерений

8.5.1 Массовую долю сухого обезжиренного молочного остатка X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) + (m_4 - m_3)}{m} 100, \quad (3)$$

где m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_4 — масса чашки с осадком, г;

m_3 — масса пустой чашки, г;

m — масса анализируемой пробы продукта, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 9.

8.5.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения сухого обезжиренного молочного остатка в пастах на молочной основе при P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли СОМО, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
0,5—99,0	0,3	1,6	1,2

9 Проверка приемлемости результатов определений

9.1 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определений массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка в анализируемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты определений считаются приемлемыми при условии:

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

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка в анализируемых продуктах, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1, 2, 3.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов определений 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.

9.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка в анализируемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

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

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

где X_1', X_2' — значения результатов двух параллельных определений массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка в анализируемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблицах 1, 2, 3.

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

10 Оформление результатов определений

Окончательный результат определения массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка в анализируемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

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

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

Δ — границы абсолютной погрешности определений, % (таблицы 1, 2, 3).

11 Требования, обеспечивающие безопасность

11.1 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.

11.2 Требования к операторам

Выполнение определений 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 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, молочная продукция, продукты молокосодержащие, продукты молочные составные, массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка, термины и определения, отбор и подготовка проб к определению, условия проведения измерений, контроль точности определений, метрологические характеристики, проверка приемлемости результатов измерений, требования, обеспечивающие безопасность

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 17.10.2012. Подписано в печать 07.12.2012. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 220 экз. Зак. 1078.

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