ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53749— 2009

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение массовой доли молочного жира методом фотоколориметрирования

Издание официальное

БЗ 1—2010/1039

Москва
Стандартинформ
2010

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 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 15 декабря 2009 г. № 1236-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, 2010

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 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 2
6 Отбор проб исследуемого продукта 3
7 Подготовка к проведению определения 3
8 Условия проведения измерений 4
9 Проведение измерений 4
10 Обработка результатов измерений 4
11 Контроль точности результатов измерений 5
12 Оформление результатов 5
13 Требования, обеспечивающие безопасность 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение массовой доли молочного жира методом фотоколориметрирования

Milk and milk products.
Determination of mass portion of milk fat using photocolorimetry method

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочную продукцию (сырые сливки, сырое молоко, питьевые сливки, питьевое молоко) и устанавливает метод определения массовой доли молочного жира методом фотоколориметрирования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный. 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 12.1.019—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 испытаниям

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. 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 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. 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

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], ГОСТ Р 52738, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **фотоколориметрический метод:** Метод анализа, основанный на измерении поглощения света окрашенными растворами в видимой части спектра с помощью фотоэлементов.

4 Сущность метода

Метод основан на определении величины оптической плотности жира, выделенного из продукта, методом фотоколориметрирования и дальнейшим расчетным определением массовой доли молочного жира в диапазоне от 10,0 % до 100,0 %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 спектральным диапазоном измерения от 315 до 980 нм, пределом допускаемого значения коэффициента пропускания ± 1 %, оснащенный кюветами длиной оптического пути 5 мм. При использовании колориметра другой марки необходимо делать поправку на оптическую плотность раствора, относительно которого проводят измерения.

Весы по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,02 г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры (60 ± 2) °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (80 ± 5) °С.

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

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Центрифуга с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Баня водяная термостатируемая.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Устройство перемешивающее лабораторное по технической документации.

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

Воронки В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

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

Пластиковая (стеклянная) бутыль вместимостью 500 $см^3$.

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

Палочки стеклянные, оплавленные.

Щипцы металлические.

Камера морозильная, обеспечивающая поддержание температуры минус (14 ± 2) °С.

Жир немолочного происхождения однородного состава массовой долей не менее 99,8 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6 Отбор проб исследуемого продукта

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 в холодильнике при температуре не выше минус 3 °С.

7 Подготовка к проведению определения

7.1 Подготовка посуды, инструментов и материалов

В термостат помещают стаканы, воронки с подготовленными бумажными фильтрами, фотоколориметрические кюветы и выдерживают (30 ± 5) мин при температуре (60 ± 2) °С.

7.2 Подготовка пробы продукта

Для выделения молочного жира отбирают пробу продукта, которая должна обеспечить выделение из нее не менее 10 г жира.

Из 5 кг молока получают примерно 100—120 г жира, часть которого может использоваться для построения градуировочного графика (7.3).

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

7.2.1.1 Вымораживание

а) Пробу сырого или питьевого молока сепарируют для получения сливок жирностью (40—50) %. Полученные сепарированием сливки пастеризуют в водяной бане при температуре (85 ± 2) °С в течение 3 мин и далее охлаждают их под проточной водой до температуры (10 ± 2) °С. Затем сливки помещают в пластиковый контейнер и далее в морозильную камеру для достижения температуры минус (14 ± 2) °С. Сливки выдерживают в течение 24 часов при данной температуре до коагуляции белка и расслоения жировой и водной фаз.

Сливки оттаивают в термостате или водяной бане при температуре (55 ± 5) °С. При этом они разделяются на два слоя, из которых верхний — жировой. Затем контейнер с пробой охлаждают до температуры (4 ± 2) °С для перевода жира в твердое состояние. Верхний твердый слой жира осторожно переносят в чистый стакан. Стакан с жиром помещают в термостат при температуре (55 ± 5) °С и выдерживают до просветления. Затем жир фильтруют через сухой складчатый фильтр при той же температуре (в термостате). Жир должен быть прозрачным.

б) Пробу сырых или питьевых сливок пастеризуют в водяной бане при температуре (85 ± 2) °С в течение 3 мин и далее охлаждают их под проточной водой до температуры (10 ± 2) °С. Затем сливки помещают в пластиковый стакан и дальнейшую подготовку проводят по 7.2.1.1 а).

7.2.1.2 Центрифугирование

Пробу продукта (сырое молоко, сырые сливки, питьевое молоко, питьевые сливки) помещают в центрифужные пробирки или стаканы и центрифугируют при 5000 об/мин в течение 15—30 мин. При этом продукт разделяется на два слоя, из которых верхний — жировой — содержит почти весь жир. 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 (60 ± 2) °С и выдерживают до прозрачного состояния. Затем жир фильтруют через сухой складчатый фильтр при той же температуре (в термостате). Жир должен быть прозрачным.

7.2.1.3 Экстрагирование

В пластиковую или стеклянную бутыль вместимостью 500 $см^3$ помещают (100,0 ± 0,1) г продукта и добавляют 300 $см^3$ смеси хлороформа и этанола в соотношении 2:1 (по объему). Бутыль закрывают крышкой и перемешивают содержимое в течение 0,5—1,0 ч на лабораторном перемешивающем устройстве.

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 (80 ± 5) °С.

7.3 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят на основании результатов, полученных при анализе проб с известным содержанием молочного жира.

Используя молочный жир, полученный по 7.2, готовят серию проб с массовой долей молочного жира 0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0; 100,0 %. Соединение молочного жира и жиров немолочного происхождения проводят в стаканах вместимостью 100 $см^3$. В качестве пробы немолочного жира используют масла немолочного происхождения однородного состава с массовой долей жира 99,8 % (пальмовое масло, рапсовое масло и др.). Далее измеряют оптическую плотность подготовленных проб при 440 нм.

Пробу анализируемого молочного жира хранят при температуре минус (18 ± 2) °С не более 6 мес. Градуировочные пробы готовят в день проведения анализа и не хранят.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают значения массовых долей молочного жира в смесях в процентах, а по оси ординат — соответствующие им полученные значения оптической плотности.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 2) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;

атмосферное давление . . . . . от 84 до 106 кПа.

9 Проведение измерений

9.1 В фотоколориметрическую кювету очень аккуратно, стараясь не испачкать стенки кюветы, помещают пробу жира, подготовленную по 7.2. В другую фотоколориметрическую кювету (кювету сравнения) наливают дистиллированную воду.

Кювету с пробой выдерживают в термостате в течение 5 мин при температуре (60 ± 2) °С для полного и равномерного прогревания жира.

9.2 В дальнее гнездо кюветодержателя колориметра устанавливают кювету с дистиллированной водой, по отношению к которой проводится измерение. Кювету с анализируемой пробой устанавливают в ближнее гнездо кюветодержателя. Оптическую плотность анализируемой пробы определяют при длине волны максимального светопропускания (440 ± 10) нм в отношении дистиллированной воды. Для каждой пробы снимают 4—5 показаний и вычисляют среднеарифметическое значение результатов измерений ($D_{ср}$).

Измерение оптической плотности пробы проводят по возможности быстро, не допуская ее охлаждения в кювете ниже 50 °С и кристаллизации жира.

10 Обработка результатов измерений

Массовую долю молочного жира $X_{мж}$, %:

а) определяют по градуировочному графику

По значению оптической плотности, определенной по 9.2, на оси абсцисс градуировочного графика находят значение массовой доли молочного жира в процентах.

б) вычисляют по формуле

$$X_{мж} = X_1 \frac{D_{ип}}{D_{гп}}, \quad (1)$$

где X_1 — массовая доля молочного жира в градуировочной пробе, % (для пробы жира, состоящего только из молочного жира, X_1 = 100 %);

$D_{ип}$ — значение оптической плотности жира исследуемой пробы, определенная по 9.2, отн.ед.;

$D_{гп}$ — значение оптической плотности жира градуировочной пробы, отн.ед.

Вычисления проводят до 0,001 с последующим округлением до 0,1.

За результат определения массовой доли молочного жира исследуемого продукта принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости по 11.2.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода

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

Таблица 1 В процентах

Диапазон измерений массовой доли молочного жира	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$
От 10,0 до 100,0 включ.	3,3	7,0	5,0

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли молочного 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 двух параллельных измерений массовой доли молочного жира, 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.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли молочного 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 параллельных измерений массовой доли молочного жира, 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).

12 Оформление результатов

Результат определения массовой доли молочного жира в молоке и молочных продуктах в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

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

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

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

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

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

Библиография

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

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, молочная продукция, молочный жир, массовая доля молочного жира, фотоколориметрия, фотоколориметрические кюветы, длина оптического пути, оптическая плотность

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

Сдано в набор 09.11.2010. Подписано в печать 24.11.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 291 экз. Зак. 937.

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