ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52993— 2008 (ИСО 5550:2006)

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Определение содержания влаги (Контрольный метод)

ISO 5550:2006
Caseins and caseinates — Determination of moisture content (Reference method) (MOD)

Издание официальное

БЗ 8—2008/215

Москва
Стандартинформ
2008

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») на основе аутентичного перевода международного стандарта, указанного в пункте 4

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 ноября 2008 г. № 286-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 5550:2006 «Казеины и казеинаты. Определение содержания влаги (Контрольный метод)» (ISO 5550:2006 «Caseins and caseinates — Determination of moisture content (Reference method)»).

При этом дополнительные слова, фразы, абзацы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

5 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, 2008

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 1
5 *Лабораторное оборудование* 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка пробы для испытания 2
8 Методика *испытания* 2
9 Расчет и выражение результатов 3
10 Прецизионность 3
11 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Межлабораторное испытание 5
Приложение *В* (*справочное*) Влияние размера зерен казеина на данные по прецизионности 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Определение содержания влаги (Контрольный метод)

Caseins and caseinates.
Determination of moisture content (Reference method)

Дата введения — 2010—01—01

1 Область *применения*

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания влаги во всех типах казеинов и казеинатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

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 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание влаги:** Потеря массы, определенная по методике, установленной настоящим стандартом.

Примечание — Содержание влаги выражается в виде массовой доли в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы для анализа при температуре (102 ± 2) °С, взвешивании и определении потери массы.

Издание официальное

5 *Лабораторное оборудование*

5.1 Аналитические весы с точностью взвешивания до 1 мг при считывании показаний до 0,1 мг.

5.2 Сушильный шкаф с хорошей вентиляцией, способный поддерживать температуру (102 ± 2) °С во всем рабочем пространстве.

5.3 Плоскодонная чашка, изготовленная из материала, не поддающегося коррозии в условиях испытания (например, стеклянная чашка с притертой стеклянной крышкой или чашка из алюминия или нержавеющей стали), диаметром не менее 65 мм (предпочтительно 75 мм), глубиной не менее 25 мм, с плотно посаженной легкоснимающейся крышкой.

5.4 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель (например, свежевысушенный силикагель), с индикатором влажности.

5.5 Измельчающее устройство для измельчения лабораторной пробы (*см.* 7.4) без чрезмерного нагрева и потери или поглощения влаги.

Не допускается использовать молотковую мельницу.

5.6 Лабораторное сито с приемником из проволочной сетки диаметром 200 мм и номинальным размером ячейки 500 мкм.

6 Отбор проб

Представительную пробу направляют в лабораторию. Проба не должна подвергаться изменению в *процессе* транспортирования или хранения.

Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 26809 и [1].

Пробы хранят так, чтобы предотвратить их порчу или изменение состава.

7 Подготовка пробы для испытания

7.1 Пробу тщательно перемешивают многократно встряхивая и переворачивая контейнер (при необходимости, после переноса всей пробы в воздухонепроницаемый контейнер достаточной вместимости).

7.2 Приблизительно 50 г тщательно перемешанной пробы *помещают* на лабораторное сито (*см.* 5.6).

7.3 Если 50 г пробы для испытания полностью или почти полностью просеивается через сито, то используют пробу, подготовленную в соответствии с 7.1.

В противном случае, измельчают 50 г пробы на измельчающем устройстве до тех пор, пока она не пройдет через сито. Сразу же переносят всю просеянную пробу в воздухонепроницаемый контейнер достаточной вместимости и тщательно перемешивают, многократно встряхивая и переворачивая контейнер.

Во время выполнения этих операций принимают меры предосторожности для предотвращения любого изменения содержания влаги в продукте.

7.4 После подготовки пробы как можно скорее выполняют *испытание*.

8 Методика *испытания*

8.1 Подготовка чашки

8.1.1 Нагревают открытую чашку и отдельно крышку (*см.* 5.3) в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее 1 ч* при температуре 102 °С.

8.1.2 Закрывают чашку крышкой и переносят в эксикатор (*см.* 5.4). Дают возможность закрытой чашке охлаждаться до комнатной температуры. Затем взвешивают ее с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

8.2 Проба для анализа

8.2.1 Казеины

Приблизительно 5 г подготовленной пробы для испытания (*см.* 7.4) переносят в чашку, закрывают ее крышкой и взвешивают с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

8.2.2 Казеинаты

Переносят приблизительно 2 г подготовленной пробы для испытания (*см. 7.5*) в чашку, закрывают ее крышкой и взвешивают с точностью до 1 мг, с точностью до 0,1 мг.

8.3 Определение

8.3.1 Открывают чашку (*см.* 8.2.1 или 8.2.2), *нагревают ее* и отдельно крышку в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее* 3 ч при температуре 102 °С.

8.3.2 Закрывают чашку крышкой и переносят ее в эксикатор (*см.* 5.4). Дают возможность закрытой чашке охладиться до комнатной температуры. Затем взвешивают с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

8.3.3 Открывают чашку и снова нагревают ее и отдельно крышку в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее* 3 ч при температуре 102 °С. Снова повторяют этап 8.3.2.

8.3.4 Повторяют процедуру нагревания и взвешивания (*см.* 8.3.1—8.3.3) до тех пор, пока масса чашки с крышкой между двумя последовательными взвешиваниями не уменьшится на 1 мг или менее или не увеличится. Для расчета принимают наименьшую зарегистрированную массу.

Примечание — Общее время высушивания *не должно* превышать 6 ч.

9 Расчет и выражение результатов

9.1 Расчет

Содержание влаги в пробе *W, %*, рассчитывают *по формуле*

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса чашки, крышки и пробы для анализа до высушивания (*см.* 8.2.1, 8.2.2), *г*;

m_2 — масса чашки, крышки и пробы для анализа после высушивания (*см.* 8.3.4), *г*;

m_0 — масса чашки с крышкой (*см.* 8.1.2), *г*.

9.2 Выражение результатов

Записывают результаты с точностью до двух десятичных знаков.

10 Прецизионность

Прецизионность метода и результатов измерений рассчитывают по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

10.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний по определению метода *представлены в* приложении А и были опубликованы для казеинатов [2]. Значения, полученные на основании этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

Значения повторяемости и воспроизводимости зависят от размера зерен казеина (см. приложение В).

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, не более чем в 5 % случаев *не должно* превышать:

- для казеинов 0,34 %;
- для казеинатов 0,32 %.

10.3 Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не более чем в 5 % случаев *не должно* превышать:

- для казеинов 0,53 %;
- для казеинатов 0,41 %.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать в себя:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылкой *на настоящий стандарт*;
- все подробности, не указанные в *настоящем* стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный(е) результат(ы) и, в случае повторяемости, конечный результат.

Приложение А
(справочное)

Межлабораторное испытание

А.1 Казеины

Международное совместное испытание в десяти лабораториях из восьми стран было проведено на восьми типах казеинов: пять типов сычужных и три типа кислотных казеинов. Испытание было организовано Агентством по безопасности и надежности пищевых продуктов Франции. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [3] и [4] и в итоге были получены данные по прецизионности, представленные в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование показателя	Пробы для испытания*								
	A	B	C	D	E	F	G	H	Среднее значение
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	10	9	10	10	10	10	10	10	—
Среднее значение, %	9,97	6,82	8,14	8,92	8,50	8,42	7,85	6,78	—
Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r, %	0,173	0,017	0,131	0,185	0,129	0,155	0,102	0,072	0,12
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,737	0,247	1,613	2,073	1,512	1,847	1,297	1,055	1,42
Предел повторяемости r, %	0,490	0,018	0,372	0,523	0,364	0,440	0,288	0,202	0,34
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,296	0,123	0,163	0,232	0,127	0,205	0,198	0,150	0,19
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	2,968	1,802	2,008	2,597	1,494	2,442	2,527	2,210	2,26
Предел воспроизводимости R, %	0,837	0,346	0,463	0,855	0,360	0,582	0,562	0,424	0,53

* Пробы: A — сычужный казеин; B — кислотный казеин; C — сычужный казеин; D — кислотный казеин; E — сычужный казеин; F — кислотный казеин; G — сычужный казеин; H — сычужный казеин.

А.2 Казеинаты

Межлабораторное совместное испытание, организованное Научно-исследовательским институтом молочного животноводства Швейцарии, было проведено на сдвоенных с пробой для контрольного опыта пробах от каждой из шести проб казеинатов. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу и в итоге были получены данные по прецизионности, предоставленные в таблице А.2. Результаты испытаний казеинатов были опубликованы в [2].

Таблица А.2

Наименование показателя	Пробы для испытания (относительно идентификации пробы см. таблицу А.1)						
	A	B	C	D	E	F	Среднее значение
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	12	12	13	12	—
Среднее значение, %	5,54	6,38	6,38	6,98	5,39	8,39	—
Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r, %	0,16	0,09	0,09	0,15	0,09	0,10	0,11
Коэффициент вариации повторяемости, %	2,84	1,48	1,46	2,07	1,63	1,17	1,81
Предел повторяемости r, %	0,44	0,26	0,26	0,41	0,25	0,27	0,32
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,21	0,12	0,14	0,16	0,11	0,14	0,15
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,75	1,89	2,14	2,29	2,11	1,63	2,31
Предел воспроизводимости R, %	0,58	0,34	0,38	0,45	0,32	0,38	0,41

Приложение *В*
(справочное)

Влияние размера зерен казеина на данные по прецизионности

В.1 Влияние размера зерен на данные по прецизионности

Таблица В.1

Наименование показателя	Пробы*							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Исходная масса, г	100,30	100,22	100,29	100,00	100,23	100,24	93,97	100,22
Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 500 мкм, г	0,38	0,88	1,09	0,32	0,82	0,21	0,93	1,15
(в виде массовой доли исходной массы, %)	(0,4)	(0,9)	(1,1)	(0,3)	(0,8)	(0,2)	(1,0)	(1,1)
Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 315 мкм, г	0,78	39,79	40,11	1,44	37,47	0,11	41,40	51,75
(в виде массовой доли исходной массы, %)	(0,8)	(39,7)	(10,0)	(1,1)	(37,4)	(0,1)	(44,1)	(51,8)
Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 250 мкм, г	21,82	21,50	26,18	25,60	16,87	5,15	21,18	19,42
(в виде массовой доли исходной массы, %)	(21,9)	(21,5)	(26,1)	(25,8)	(16,8)	(5,1)	(22,6)	(19,4)
Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 160 мкм, г	31,91	24,70	21,82	33,52	25,06	71,24	19,59	17,95
(в виде массовой доли исходной массы, %)	(31,8)	(24,7)	(21,9)	(33,6)	(25,0)	(71,1)	(20,9)	(17,9)
Масса, проходящая через сито с размером ячейки 160 мкм, г	45,03	12,98	10,83	38,88	19,75	23,31	10,34	9,6
(в виде массовой доли исходной массы, %)	(44,9)	(13,0)	(10,0)	(38,9)	(19,7)	(23,3)	(11,0)	(9,6)
Предел повторяемости *r*	0,490	0,048	0,372	0,523	0,354	0,440	0,288	0,202
Предел воспроизводимости *R*	0,837	0,348	0,453	0,555	0,350	0,582	0,562	0,424

* Пробы: A — сычужный казеин; B — кислотный казеин; C — сычужный казеин; D — кислотный казеин; E — сычужный казеин; F — кислотный казеин; G — сычужный казеин; H — сычужный казеин.

Примечание — Отмечают, что полученные значения повторяемости и воспроизводимости обратно пропорциональны диаметру зерен казеина.

Библиография

[1] ИСО 707:1997 Молоко и молочные продукты. Руководящие указания по отбору проб

[2] Bulletin of the International Dairy Federation, No. 285, 1993, p. 30

[3] ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

[4] ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

УДК 637.544:006.354 ОКС 67.100 Н09

Ключевые слова: казеины, казеинаты, содержание влаги, контрольный метод, межлабораторные испытания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.12.2008. Подписано в печать 12.12.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 253 экз. Зак. 1357.

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