ГОСТ Р 51452—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ

Гравиметрический метод определения массовой доли жира

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 607-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 1737—85 «Молоко сгущенное и молоко сгущенное с сахаром. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (арбитражный метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2009 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ

Гравиметрический метод определения массовой доли жира

Evaporated and sweetened condensed milk.
Gravimetric method for determination of fat content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные молочные консервы стерилизованные и с сахаром и устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли жира по Розе-Готлибу.

Метод основан на экстрагировании жира из аммиачно-спиртового раствора сгущенных молочных консервов диэтиловым и петролейным эфирами, выпариванием растворителей и взвешиванием остатка.

Альтернативный метод с применением пробирок для экстрагирования жира (см. приложение А).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5541—2002 Средства укупорочные корковые. Общие технические условия

ГОСТ 5962—67* Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—88** Весы лабораторные общего назначения и образцовые. 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 подготовки проб к анализу

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ИСО 707—97*** Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2001.

** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

*** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе соответствующего ИСО.

Издание официальное

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля жира в консервах молочных сгущенных стерилизованных и с сахаром: Частное от деления массы жира, экстрагированного из навески продукта на массу навески продукта, умноженное на 100.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий регулирование температуры (102±2) °С, хорошо вентилируемый.

Термометры ртутные стеклянные по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Центрифуга частотой вращения 500—600 $мин^{-1}$.

Баня водяная, позволяющая проводить определения при температуре от 30 до 60 °С.

Экстрактор с фторопластовыми притертыми пробками, сосуды, колбы для экстрагирования с притертыми пробками или корковыми пробками по ГОСТ 5541.

Корковые пробки обрабатывают сначала диэтиловым, а затем петролейным эфирами, после чего помещают на 20 мин в воду при температуре 60 °С и выдерживают в ней до охлаждения для насыщения водой перед использованием.

Колбы тонкостенные по ГОСТ 25336, вместимостью от 150 до 250 $см^3$ (для сбора жира).

Колбы Можонье по ГОСТ 25336.

Примечание — Допускается использовать пробирки или колбы для экстракции жира типа сифона или промывалки, при этом анализ проводят в соответствии с приложением А.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 5 и 25 $см^3$, 2-го класса точности.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227, вместимостью 10 $см^3$, 2-го класса точности.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Аппарат для перегонки: холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336; колба для перегонки по ГОСТ 25336, вместимостью от 250 $см^3$; башня водяная с обогревом.

Щипцы металлические для переноса колб, стаканов или чашек.

Штатив для колб или (пробирок).

Стеклянная промывалка для смешанного растворителя.

Вспомогательный материал для кипения: обезжиренный непористый фарфор или карбид кремния, или стеклянные шарики (необязательный при использовании металлических чашек).

Кальций хлористый технический концентрированный по ГОСТ 450, прокаленный, высший сорт.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой долей йодистого калия 10 %, ч.д.а.

Аммиак по ГОСТ 3760, раствор массовой долей аммиака 25 $г/см^3$, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962, высшей очистки.

Эфир диэтиловый [1].

Эфир петролейный [2], температурой кипения от 30 до 60 °С.

Растворитель смешанный, приготовленный непосредственно перед использованием при введении равных объемов диэтилового и петролейного эфиров.

Индикатор конго-красный, водный раствор массовой концентрации 1 г/100 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

6 Подготовка к определению

6.1 Для проверки качества реактивов проводят анализ с использованием настоящей методики и реактивов, заменяя пробу продукта на 10 см^3 дистиллированной воды (контрольный опыт). Если масса остатка в этом анализе превышает 0,5 мг, то реактивы подвергают дополнительной проверке. Для этого проводится перегонка по 100 см^3 диэтилового и петролейного эфиров соответственно. Масса остатка после перегонки не должна превышать 0,5 мг. При неудовлетворительных результатах анализа проводят замену реактивов или повторную перегонку эфиров.

6.2 Подготовка пробы

6.2.1 Сгущенные молочные консервы стерилизованные

Пробу продукта, выделенную по ГОСТ 26809, тщательно перемешивают в посуде. Затем продукт переливают в колбу с притертой пробкой. Вновь перемешивают пробу продукта, переливая его несколько раз из колбы в посуду, в которой находилась проба. Переливание осуществляют до тех пор, пока внутренняя поверхность посуды будет освобождена от остатков продукта. Вместимость колбы выбирают так, чтобы в нее помещался весь объем продукта от одной пробы.

6.2.2 Сгущенные молочные консервы с сахаром

Пробу продукта, выделенную по ГОСТ 26809, перемешивают в посуде ложкой или шпателем вращательными движениями сверху вниз так, чтобы продукт был тщательно перемешан.

При расслоении пробы продукта перемешивание осуществляют ее подогревом на водяной бане при температуре от 40 до 60 °С. Пробу продукта перемешивают каждые 15 мин переворачиванием посуды. Перемешивание проводят в течение 2 ч. Затем охлаждают до комнатной температуры. Вновь перемешивают пробу несколько раз ложкой или шпателем и сразу же приступают к проведению определения.

6.2.3 При использовании в качестве тары тюбы ее разрезают вдоль, соскребают весь продукт в колбу с притертой пробкой и проводят подготовку пробы в соответствии с 6.2.1 или 6.2.2.

6.2.4 Проба для контрольного опыта

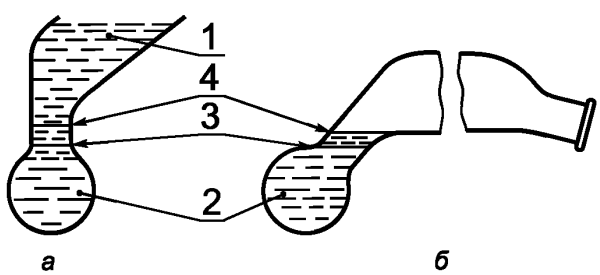
В качестве пробы для контрольного опыта вместо продукта используют 10 см^3 дистиллированной воды. Контрольный опыт проводится по разделу 7.

6.3 Подготовка колбы для сбора жира

Колбу или чашку с материалом для облегчения кипения высушивают в сушильном шкафу в течение 1 ч. После этого колбу или чашку охлаждают до комнатной температуры (для стеклянных колб — в течение 1 ч, для металлических чашек — в течение 30 мин). Колбу или чашку взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг.

7 Проведение определения

7.1 Навеску сгущенных молочных консервов стерилизованных массой от 4,000 до 5,000 г или навеску сгущенных молочных консервов с сахаром массой от 2,000 до 2,500 г помещают в нижний (малый) резервуар экстрактора (рисунок 1). Массу навесок определяют с отсчетом результата до 0,001 г. Массу навески определяют непосредственно в экстракторе.



а — до слива; *б* — после слива

1 — растворитель; *2* — водный слой; *3* — поверхность раздела при первом экстрагировании; *4* — поверхность раздела при втором и третьем экстрагировании

Рисунок 1 — Слив экстрагированного жира

7.2 Первое экстрагирование

7.2.1 В экстрактор добавляют от 6 до 8 $см^3$ дистиллированной воды температурой (30±2) °С, затем экстрактор помещают в водяную баню с температурой воды от 40 до 50 °С и перемешивают до получения однородного раствора.

7.2.2 В экстрактор с раствором добавляют 2 $см^3$ раствора аммиака и перемешивают. Приливают 10 $см^3$ этилового спирта и осторожно, но тщательно перемешивают, переливая раствор из нижнего резервуара экстрактора в верхний и обратно. При необходимости добавляют 2 капли раствора конго-красного.

7.2.3 Добавляют 25 $см^3$ диэтилового эфира, закрывают экстрактор корковой пробкой, насыщенной водой, или притертой пробкой, смоченной водой, и интенсивно встряхивают, не допуская образования устойчивой эмульсии. В течение 1 мин при горизонтальном положении экстрактора и направленном вверх малом резервуаре переливают раствор из большого резервуара в малый и обратно. При необходимости охлаждают экстрактор в проточной воде.

7.2.4 Осторожно извлекают пробку и ополаскивают ее и горло экстрактора раствором смешанного растворителя, сливая ополоски в экстрактор или колбу для сбора жира. Добавляют 25 $см^3$ петролейного эфира. Закрывают экстрактор повторно смоченной водой корковой пробкой или повторно смоченной притертой пробкой. Осторожно встряхивают и перемешивают содержимое в течение 30 с в соответствии с 7.2.3.

7.2.5 Экстрактор центрифугируют в течение 1—5 мин при частоте вращения от 500 до 600 $мин^{-1}$. При отсутствии центрифуги отстаивают содержимое экстрактора не менее 30 мин до образования четкой границы раздела воды и жира, растворенного в эфирах.

7.2.6 Вынимают пробку, ополаскивают ее и горлышко экстрактора смешанным растворителем, сливая ополоски внутрь экстрактора. Если граница раздела располагается ниже цилиндрической части экстрактора, соединяющей нижнюю и верхнюю емкости, то осторожно добавляют в экстрактор дистиллированную воду для подъема этой границы.

7.2.7 Аккуратно переливают по возможности большую часть слоя жира, растворенного в эфирах, в колбу для сбора жира, удерживая экстрактор за малую емкость, не допуская при этом переливания водного слоя.

7.2.8 Ополаскивают внутреннюю часть горлышка экстрактора смешанным растворителем, не допуская попадания смешанного растворителя на наружную поверхность экстрактора.

7.2.9 Добавляют 5 $см^3$ этилового спирта в экстрактор, ополаскивая внутреннюю поверхность и перемешивая содержимое по 7.2.3.

7.3 Второе экстрагирование

Второе экстрагирование проводят в соответствии с 7.2.3—7.2.8, используя 15 $см^3$ диэтилового и 15 $см^3$ петролейного эфиров.

7.4 Третье экстрагирование

Третье экстрагирование проводят в соответствии с 7.2.3—7.2.8, не добавляя этиловый спирт, используя 15 $см^3$ диэтилового и 15 $см^3$ петролейного эфиров.

Для продуктов массовой долей жира менее 1 % третье экстрагирование не проводят.

7.5 Ополаскивают внутреннюю поверхность горла колбы для сбора жира смешанным растворителем и устанавливают ее в аппарат для перегонки. Из колбы удаляют перегонкой как можно больше растворителей и этилового спирта. При использовании химических стаканов или чашек для сбора жира растворители и спирт с них удаляют выпариванием.

7.6 Нагревают колбу в горизонтальном положении в сушильном шкафу при температуре (102±2) °С в течение 1 ч (для стеклянных колб — не менее 1 ч; для металлических чашек — не менее 0,5 ч). Колбу помещают в эксикатор, охлаждают до температуры (20±2) °С и взвешивают с отсчетом результата до 0,0001 г.

7.7 Вновь нагревают, охлаждают и взвешивают колбу по 7.6 до тех пор, пока разность масс между последовательными взвешиваниями будет не более 0,0005 г.

Если при одном из взвешиваний после высушивания будет увеличение массы, для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

7.8 В колбу для сбора жира добавляют 25 $см^3$ петролейного эфира, осторожно нагревают и перемешивают до полного растворения экстрагированного вещества. Если экстрагированное вещество полностью растворилось в петролейном эфире, за результат измерения массовой доли жира принимают результат взвешивания, полученный в соответствии с 7.7.

7.9 При неполном растворении экстрагированного вещества или в сомнительных случаях проводят экстрагирование жира из колбы для сбора жира путем промывки колбы теплым петролейным эфиром и ополаскиванием внешней поверхности ее горла. Процедуру повторяют три раза.

7.10 Удаляют пары петролейного эфира из колбы для сбора жира по 7.6—7.7.

7.11 Принимают в качестве значения массы жира разность между результатами измерений по 7.7 и 6.3.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю жира в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса навески продукта, г;

m_1 — масса колбы с жиром, высушенная до постоянной массы, г;

m_2 — масса колбы без жира, высушенная до постоянной массы, г;

m_3 — масса колбы в контрольном опыте после определения, г;

m_4 — масса колбы в контрольном опыте до определения, г.

За окончательный результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до 0,01 % массовой доли жира.

9 Метрологические характеристики

9.1 Диапазон массовой доли жира, предел допускаемой погрешности определения массовой доли жира, сходимость, воспроизводимость должны соответствовать данным таблицы 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Диапазон массовой доли жира, %	Предел допускаемой погрешности массовой доли жира, %, при $P = 0,95$	Сходимость, %, не более	Воспроизводимость, %, не более
Консервы молочные сгущенные стерилизованные и консервы молочные сгущенные с сахаром	До 1,0 включ.	±0,03	0,02	0,05
	Св. 1,0 » 4,0 »	±0,04	0,03	0,07
	» 4,0 » 10,0 »	±0,09	0,04	0,15
	» 10,0 » 20,0 »	±0,15	0,10	0,25
	Св. 20,0	±0,20	0,15	0,30

Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает требования таблицы 1, то повторно проводят два новых определения.

10 Требования техники безопасности

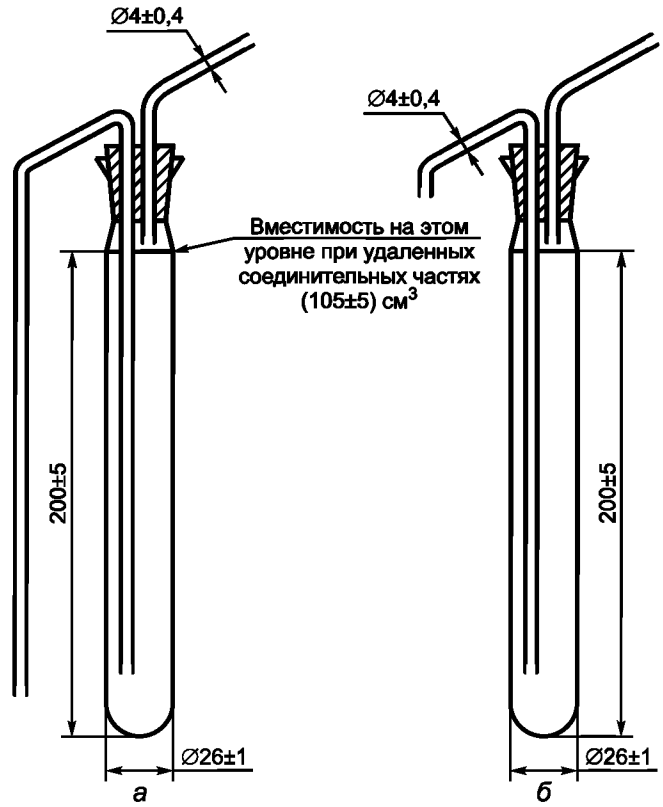
При эксплуатации приборов с использованием органических растворителей (легковоспламеняющихся веществ) необходимо соблюдать основные правила техники безопасности при работе с легковоспламеняющимися реактивами. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Альтернативный метод с применением пробирок для экстрагирования жира

А.0 Введение

При использовании пробирок для экстрагирования жира с сифонными соединительными деталями или фитингами-промывалками должна применяться методика, установленная в настоящем приложении (см. рисунок А.1).



а — с соединительными частями сифона; *б* — с соединительными частями промывного типа

Рисунок А.1 — Типы экстракционных пробирок

А.1 Метод

А.1.1 Подготовка проб — по 6.2.

А.1.2 Навеска для испытаний — по 7.1, но с использованием пробирок для экстрагирования жира толщиной стенок (1,5±0,5) мм.

А.1.3 Контрольная проба — по 6.2.4.

А.1.4 Подготовка колбы для сбора жира — по 6.3.

А.1.5 Проведение определения

А.1.5.1 На дно экстракционной пробирки, по возможности, полностью переносят навеску продукта (7.1), добавляют 10—11 см^3 дистиллированной воды, нагретой на водяной бане до 30 °С. Осторожно встряхивают и подогревают содержимое пробирки до (45±5) °С до полного диспергирования продукта. Охлаждают пробирку под струей водопроводной воды.

А.1.5.2 Добавляют 2 см^3 раствора аммиака по разделу 4 или эквивалентный объем более концентрированного раствора аммиака и тщательно перемешивают с разбавленной навеской в пробирке. После добавления аммиака без промедления продолжают процедуру определения.

А.1.5.3 Добавляют 10 см^3 этанола и осторожно, но тщательно перемешивают содержимое пробирки. При необходимости добавляют 2 капли раствора красителя конго-красный.

А.1.5.4 Добавляют 25 см^3 диэтилового эфира, закрывают пробирку пробкой, насыщенной водой, или притертой пробкой, смоченной водой, и встряхивают так, чтобы не образовались стойкие эмульсии, периодически переворачивают в течение 1 мин. При необходимости охлаждают пробирку проточной водой, затем осто-

рожно удаляют пробку и ополаскивают ее и горло пробирки небольшим количеством смешанного растворителя, используя промывалку, так чтобы промывочный раствор попадал в пробирку.

А.1.5.5 Добавляют 25 $см^3$ петролейного эфира, закрывают пробирку повторно пробкой, смоченной водой, и осторожно встряхивают пробирку в течение 30 с, как установлено в А.1.5.4.

А.1.5.6 Центрифугируют закрытую пробирку не менее 5 мин.

При отсутствии центрифуги закрытую пробирку оставляют в штативе на 30 мин до полного разделения слоев жидкости. Допускается охлаждение пробирки под струей водопроводной воды.

А.1.5.7 Осторожно вынимают пробку, ополаскивают ее и внутреннюю поверхность горловины пробирки небольшим количеством смешанного растворителя, собирая смывную жидкость в экстракционную пробирку.

А.1.5.8 Вставляют в пробирку устройство типа сифона или промывалки, так чтобы конец длинной трубки находился приблизительно на 4 мм выше границы раздела между слоями. Трубки устройства должны проходить параллельно оси экстракционной пробирки.

Не допуская попадания водного слоя, осторожно переносят отстоявшийся слой жидкости из пробирки в колбу для сбора жира, содержащую несколько кусочков вспомогательного материала для кипения, использование которых не обязательно при использовании металлических чашек. Ополаскивают трубку, через которую переносили жидкость, небольшим количеством смешанного растворителя, собирая смывную жидкость в колбу с жиром.

А.1.5.9 Вынимают соединительные части из горловины пробирки. Ополаскивают их и нижний конец длинной внутренней части приспособления небольшим количеством смешанного растворителя.

А.1.5.10 Проводят вторую и третью экстракции в соответствии с А.1.5.5 — А.1.5.10, добавляя при этом по 15 $см^3$ диэтилового и петролейного эфиров, но без добавления этилового спирта. Ополаскивание длинной внутренней трубки устройства при удалении его из пробирки после предыдущего экстрагирования проводят диэтиловым эфиром.

А.1.5.11 Далее определение проводят по 7.5—7.11.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ГФ X Эфир диэтиловый для наркоза
[2] ГФ X, ст. 34 Эфир петролейный

УДК 637.142:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: консервы молочные сгущенные стерилизованные и с сахаром, определение, гравиметрический метод, массовая доля жира, обработка результатов

gost.e-ecolog.ru