

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52993—
2008
(ISO 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



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 |

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

П р и м е ч а н и е — 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.

П р и м е ч а н и е — Содержание влаги выражается в виде массовой доли в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы для анализа при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$, взвешивании и определении потери массы.

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 $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ во всем рабочем пространстве.

5.3 Плоскодонная чашка, изготовленная из материала, не поддающегося коррозии в условиях испытания (например, стеклянная чашка с притертоей 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°C .

8.1.2 Закрывают чашку крышкой и переносят в эксикатор (см. 5.4). Дают возможность закрытой чашке охладиться 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.

П р и м е ч а н и е — Общее время высушивания не должно превышать 6 ч.

9 Расчет и выражение результатов

9.1 Расчет

Содержание влаги в пробе W , %, рассчитывают по формуле

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

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

A.1 Казеины

Межлабораторное 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* | | | | | | | | Среднее значение |
|--|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|
| | A | B | C | D | E | F | G | H | |
| 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: А — сырчужный казеин; В — кислотный казеин; С — сырчужный казеин; Д — кислотный казеин; Е — сырчужный казеин; F — кислотный казеин; G — сырчужный казеин; Н — сырчужный казеин.

A.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].

ГОСТ Р 52993—2008

Таблица А.2

| Наименование показателя | Пробы для испытания (относительно идентификации пробы см. таблицу А.1) | | | | | | Среднее значение |
|--|--|------|------|------|------|------|------------------|
| | A | B | C | D | E | F | |
| 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_n , % | 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

B.1 Влияние размера зерен казеина на данные по прецизионности

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

* Пробы: А — сычужный казеин; В — кислотный казеин; С — сычужный казеин; Д — кислотный казеин; Е — сычужный казеин; F — кислотный казеин; G — сычужный казеин; Н — сычужный казеин.

П р и м е ч а н и е — 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

OKC 67.100

H09

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

Редактор Л.В. Коротникова
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 1/16. 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.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.