

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
ISO 13082—  
2014

---

## МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

### Определение активности липазы в препаратах преджелудочной липазы

(ISO 13082:2011, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения   | AM                                 | Минэкономики Республики Армения                                 |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                 |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт  |
| Молдова   | MD                                 | Молдова-Стандарт  |
| Россия  | RU                                 | Росстандарт   |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2014 г. № 859-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 13082—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13082:2011 «Молоко и молочные продукты. Определение активности липазы в препаратах преджелудочной липазы» («Milk and milk products — Determination of the lipase activity of pregastric lipase preparation», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© ISO, 2011 — Все права сохраняются  
© Стандартиформ, оформление, 2015, 2019



В Российской Федерации 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

## Введение

Липазы (КФ 3.1.1.3) — это группа эстераз, которые гидролизуют эмульгированные триацилглицериновые эфиры, являющиеся основным компонентом молочного жира.

Коммерческие препараты преджелудочной липазы и некоторые сычужные препараты (пастообразные или жидкие) содержат липазу, полученную от телят, козлят и ягнят. Данные препараты липазы используются особенно широко при производстве сыров итальянского типа, например Romano, Provolone и Asiago, а также в других аналогичных сортах сыров и молочных продуктах, модифицированных добавлением ферментов, как это описано в Бюллетене 294 IDF [6]. Применение липазы не допускается в Feta, однако ее часто используют в сырах типа Feta.

Настоящий метод основан на базе метода FCCIV для активности преджелудочной липазы [7], однако метод FCCIV в представленном виде разработан в недостаточной степени, прежде всего это касается приготовления проб и субстратов. Тем не менее метод FCCIV может служить полезной моделью для разработки настоящего стандарта.

## МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

## Определение активности липазы в препаратах преджелудочной липазы

Milk and milk products. Determination of the lipase activity of pregastric lipase preparation

Дата введения — 2016—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения активности липазы. Он распространяется на препараты преджелудочной липазы, в том числе сычужную пасту животного происхождения.

**Примечание** — Не было проведено сравнительных испытаний данного метода, поскольку не был определен стабильный стандартный субстрат. С другой стороны, сравнительных испытаний не требуется, если субстрат демонстрирует высокую воспроизводимость и хорошо определяется.

## 2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

**2.1 международная единица липазы, ILU** (international lipase unit, ILU): Величина активности липазы, которая освобождает масляную кислоту со скоростью 1,25 мкмоль/мин при заданных условиях.

**Примечания**

1 Активность липазы выражают либо в международных единицах липазы (ILU) на 1 г продукта либо на 1 см<sup>3</sup> продукта.

2 Данное определение базируется на непосредственном измерении количества титрующего раствора. При этом не учитывается ошибка, связанная с невозможностью титрования малых молярных концентраций масляной кислоты (4 %), не подверженной диссоциации.

## 3 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации раствором гидроксида натрия с помощью pH-стата свободных жирных кислот, например масляной кислоты, после гидролиза липазой триглицеридовых эфиров (трибутирин). Расчет активности липазы в единицах ILU на 1 см<sup>3</sup> или ILU на 1 г основан на учете количества гидроксида натрия, израсходованного за заданный период времени.

Ввиду отсутствия стандартного образца субстрата рекомендуется, чтобы в испытание была включена контрольная (известная) проба.

## 4 Реактивы

В процессе анализа, если не указано иначе, используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

Марка реактивов может влиять на результаты испытания. Таким образом, перед использованием реактивов марок, отличных от перечисленных, необходимо удостовериться, что они дают аналогичные результаты.

4.1 Трибутирин (глицерилтрибутират), например фирмы Merck, № 1.01958.0100<sup>1)</sup> или аналогичный продукт.

4.2 Натрия казеинат, например фирмы Sigma, C8654<sup>1)</sup> или аналогичный продукт.

4.3 Лецитин из соевых бобов, например фирмы BDH, Prod. 29863<sup>1)</sup> или аналогичный продукт.

4.4 Жидкий парафин. Следует использовать парафин, который в значительной степени жидкий (или аналогичный продукт — легкое минеральное масло), например фирмы Merck, № 7174.1000<sup>1)</sup> или аналогичный продукт.

4.5 Натронная известь, гранулы [Carbosorb<sup>1)</sup>], например фирмы BDH, № 331104<sup>1)</sup> или аналогичный продукт.

4.6 Натрия гидроксид, раствор, с (NaOH) = 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, имеющийся в продаже или который готовят, как это указано ниже.

При помощи пипетки (5.1) добавляют 25,00 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> с точно известным титром в емкость вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Доводят объем водой до метки.

Раствор NaOH молярной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> хранят в закрытой емкости в условиях защиты от воздействия диоксида углерода воздуха при помощи ловушки для CO<sub>2</sub> с натронной известью (4.5), при комнатной температуре в течение 1 мес. Натронную известь меняют один раз в год.

При смене партии гидроксида натрия проверяют фактическую стабильность титра путем сравнения старого и нового титрующих растворов, например при помощи контрольной пробы.

В случае проб с низкой активностью и ручного титрования используют раствор NaOH молярной концентрации 0,010 моль/дм<sup>3</sup> вместо раствора молярной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup>. При использовании раствора NaOH молярной концентрации 0,010 моль/дм<sup>3</sup> точность метода возрастает.

Раствор NaOH молярной концентрации 0,010 моль/дм<sup>3</sup> нестабилен, его готовят непосредственно перед использованием (пока сохраняется установленный титр). При использовании данного раствора расчеты корректируют в соответствии с формулой (1).

4.7 Лецитин, раствор массовой концентрацией 10 %. В емкость вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10,0 г лецитина и растворяют его в 95 см<sup>3</sup> жидкого парафина при перемешивании с помощью магнитной мешалки. Продолжительность перемешивания — 1—2 сут. Когда лецитин полностью растворится, доводят объем до метки жидким парафином.

Раствор лецитина хранят в холодильнике в течение одного года.

4.8 Контрольная проба. В каждую серию испытаний проб препаратов липазы включают контрольную пробу известной активности. Результаты сохраняют и используют для оценки разброса результатов испытания.

Контрольной пробой может быть последняя проанализированная проба или другой хорошо известный образец.

Если метод применяется впервые, следует использовать контрольную пробу, полученную из другой лаборатории, либо для последующей серии анализа в качестве контрольной пробы следует использовать первую проанализированную пробу. При необходимости контрольные пробы хранят в холодильнике.

Примечание — При контроле сычужной пасты могут возникнуть трудности в получении надлежащей контрольной пробы.

## 5 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, и в частности нижеприведенное.

Вместо указанного лабораторного оборудования можно использовать другое, если оно гарантирует получение достоверных результатов.

5.1 Микропипетка или любая другая пипетка вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>, с повторяемостью 0,5 % или выше.

5.2 Колбы мерные с одной меткой требуемой вместимости по [3], класс А.

5.3 Баня водяная, с внешней циркуляцией воды, способная поддерживать постоянную температуру в реакционном сосуде на уровне (42,0 ± 0,5) °C.

5.4 Смеситель Warren<sup>1)</sup>, Ultraturax<sup>1)</sup> или аналогичное оборудование.

<sup>1)</sup> Пример подходящего продукта, доступного в продаже. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не накладывает обязательств со стороны ISO.

5.5 Оборудование, включающее pH-стат, со следующими компонентами:

- а) термостатируемый реакционный сосуд, подходящий для энергичного перемешивания при помощи механической или магнитной мешалки;
- б) бюретка для титрования;
- с) записывающее устройство, принтер или компьютер.

Для этих целей является подходящим Metrohm 718 Stat Titrino<sup>1)</sup>. Допускается использование установки для ручного титрования, однако это может снизить точность метода.

Для целей достоверности результатов контроля перечень используемого оборудования следует указывать в протоколе испытаний.

5.6 Гомогенизатор Stomacher или мешки Stomacher для растворения сычужной пасты, например стандартные мешки BA 6041, Seward<sup>1)</sup>, или аналогичные.

## 6 Отбор проб

В лабораторию необходимо направить репрезентативную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена в процессе транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб установлен в [2].

Анализируемые пробы хранят при температуре 5 °C или ниже в течение 2 мес. В случае длительного хранения пробы хранят в замороженном виде, например при минус 18 °C, поскольку такие условия существенно увеличивают стабильность порошка липазы.

## 7 Проведение анализа

### 7.1 Субстрат

600 мг казеината натрия (4.2) растворяют в 95 г воды в сосуде-смесителе. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора лецитина (4.3) и 1,0 см<sup>3</sup> трибутирина (4.1). Перемешивают на низкой скорости в течение 60 с. Субстрат переносят в колбу или химический стакан и выдерживают при комнатной температуре при перемешивании магнитной мешалкой, работающей на низкой скорости.

Срок хранения субстрата — не более 4 ч.

### 7.2 Приготовление анализируемого раствора липазы

#### 7.2.1 Жидкая проба липазы

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (5.2) отбирают пипеткой требуемое количество жидкой пробы липазы или контрольной пробы с целью получения 100 см<sup>3</sup> раствора липазы концентрацией  $(4 \pm 1)$  IU/см<sup>3</sup>. Доводят объем водой до метки.

Примечание — Допускается использование мерных колб различной вместимости, либо пробу можно анализировать без разбавления, если активность липазы 5 IU или ниже.

#### 7.2.2 Порошкообразная проба липазы

Порошок липазы может быть неоднородным. Для взятия репрезентативной пробы порошок осторожно перемешивают. В химическом стакане взвешивают требуемое количество каждой порошкообразной пробы липазы или контрольной пробы для получения 100 см<sup>3</sup> раствора липазы концентрацией  $(4 \pm 1)$  IU/см<sup>3</sup>.

Растворяют анализируемую пробу липазы или контрольную пробу в 90 см<sup>3</sup> воды при постоянном и энергичном перемешивании. Проверяют значение pH и доводят его, при необходимости, до значения  $(8,50 \pm 0,10)$  pH раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, добавляя его постепенно, давая время установиться pH. После полного растворения в течение не менее 20 мин раствор переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> (5.2). Доводят объем водой до метки.

Раствор липазы переносят в сухой химический стакан и непрерывно перемешивают. Раствор анализируют в кратчайшие сроки, но не позднее чем через 2 ч после приготовления пробы липазы. Записывают коэффициент разбавления  $d$  (равный общему объему в см<sup>3</sup> на грамм или в см<sup>3</sup> на см<sup>3</sup> пробы).

<sup>1)</sup> Пример подходящего продукта, доступного в продаже. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не накладывает обязательств со стороны ISO.

Порошок липазы часто имеет плохую растворимость, и это свойство зависит от pH. Высокие значения pH облегчают растворение. Решающим моментом для хорошей воспроизводимости являются условия, когда при растворении порошка липазы значение pH всегда одинаково.

**Примечание** — При необходимости можно использовать мерные колбы различной вместимости.

### 7.3 Проба сычужной пасты

Для получения однородной консистенции сычужную пасту перемешивают. В 40 см<sup>3</sup> воды в мешке Stomacher (5.6) растворяют  $(15 \pm 1)$  г сычужной пасты. Регулируют pH полученного раствора до значения  $(8,50 \pm 0,10)$  ед. pH раствором NaOH молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Используя гомогенизатор Stomacher (5.6), гомогенизируют раствор при скорости 230 об/мин в течение 60 с. Вновь регулируют pH до значения 8,5 ед. pH и анализируют полученную пробу сычужной пасты в кратчайшие сроки, но не позднее чем через 2 ч после приготовления.

Допускается проводить гомогенизацию раствора сычужной пасты вручную в мешке Stomacher в течение 60 с.

Записывают точное количество взятой пробы и суммарное количество разбавленной пробы, в граммах, с точностью до третьего десятичного знака.

Определяют коэффициент разбавления  $d$  (8.1) сычужной пасты: общая масса разбавленной пробы (в том числе масса пробы сычужной пасты), деленная на массу пасты.

Типичная сычужная паста обладает низкой активностью. Если в анализируемом растворе не достигается требуемая активность  $(4 \pm 1)$  IU/см<sup>3</sup>, раствор сычужной пасты анализируют без дальнейшего разбавления. В данном случае в протоколе испытаний отмечают, что активность анализируемого раствора была ниже значений активности требуемого диапазона.

### 7.4 Методика анализа

#### 7.4.1 Подготовка оборудования

7.4.1.1 Оборудование для анализа готовят в соответствии с 7.4.1.2—7.4.1.7.

7.4.1.2 Проводят предварительный нагрев водяной бани (5.3) для достижения температуры 42,0 °C внутри реакционного сосуда. При необходимости температуру водяной бани слегка регулируют для достижения температуры в реакционном сосуде на уровне  $(42,0 \pm 0,5)$  °C.

7.4.1.3 Заполняют бюретку (5.5) раствором гидроксида натрия (4.6).

7.4.1.4 Градуируют pH-электрод.

7.4.1.5 Устанавливают pH титрования на значении 6,20 pH или выбирают установленную пользователем программу титрования липазы.

7.4.1.6 Устанавливают реакционный сосуд на титратор и включают мешалку.

7.4.1.7 Устанавливают готовые для анализа pH-электрод и термометр.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Энергичное перемешивание позволяет реакции протекать оптимальным образом.

#### 7.4.2 Испытание

Испытание проводят следующим образом.

- При помощи пипетки (5.1) добавляют 10 см<sup>3</sup> субстрата (7.1) в реакционный сосуд.
- При помощи пипетки (5.1) добавляют 1 см<sup>3</sup> анализируемого раствора липазы (7.2) или сычужной пасты (7.3) к субстрату.
- Начинают титрование и проводят его в течение 15 мин. Первые пять минут используют для доведения pH до значения 6,20 pH, при этом расход гидроксида натрия в расчетах не учитывают. Стабильное значение pH на уровне 6,20 pH должно быть достигнуто в течение первых 4 мин титрования. Записывают расход гидроксида натрия в течение последних 10 мин [молярная концентрация  $c$  в формуле (1)].

Если значение pH не достигло стабильного значения 6,20 pH в течение первых двух минут титрования, то значение pH регулируют путем добавления вручную, с помощью пипетки, соляной кислоты (HCl) молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> или 1 моль/дм<sup>3</sup> до получения значения pH в диапазоне  $(6,20 \pm 0,02)$  pH после 4 мин титрования. При необходимости испытание повторяют.

Скорость расхода гидроксида натрия должна быть линейной. Если расход нелинейный, это может быть обусловлено недостаточным перемешиванием. Необходимо обеспечить энергичное перемешивание, наблюдая, чтобы на поверхности жидкости в реакционном сосуде происходило перемещение смеси. Проверяют линейность кривой титрования, например путем записи расхода раствора гидрокси-



да натрия в течение двух последовательных периодов продолжительностью 5 мин каждый вместо последних 10 мин, и сравнивают расход в течение каждого периода с целью подтверждения линейности.

Как правило, нет необходимости проведения холостой пробы. Тем не менее, если активность липазы в анализируемой пробе настолько низкая, что необходимый уровень активности в  $(4 \pm 1)$  ILU не может быть достигнут, анализируют холостое значение пробы воды, которое затем следует вычесть. Данное действие регистрируют в протоколе испытаний, указывая, что активность была ниже нормального уровня, разрешенного данным методом.

Испытания холостой пробы проводят перед анализом проб. Если последняя анализируемая проба дает положительный результат, измеряют вторую холостую пробу как окончательное испытание, чтобы удостовериться, что положительный результат не обусловлен загрязнением субстрата следами липазы.

Допускается использование реакционного сосуда вместимостью 20 см<sup>3</sup>, при этом к 20 см<sup>3</sup> субстрата добавляют 2 см<sup>3</sup> пробы. В этом случае полученный результат делят на 2.

#### Примечания

1 Расход раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (молярная концентрация  $c$  в 8.1) составляет 1,5—2,5 см<sup>3</sup>.

2 Предел количественного обнаружения обычно составляет 0,04 ILU/см<sup>3</sup>, что соответствует расходу раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> в количестве 0,020 см<sup>3</sup>.

3 Желательно, чтобы необходимое значение pH было установлено в течение 4 мин испытания и было стабильным в процессе всего испытания, так как учет расхода гидроксида натрия начинается с шестой минуты титрования.

## 8 Расчеты и выражение результатов

### 8.1 Расчеты

Активность липазы в анализируемой пробе  $a_t$ , в международных единицах липазы (ILU) на 1 г или 1 см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$a_t = \frac{V \cdot c \cdot f_1 \cdot d}{t \cdot f_2}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем израсходованного раствора гидроксида натрия (7.4.2), см<sup>3</sup>;

$c$  — молярная концентрация титрующего раствора гидроксида натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$f_1$  — коэффициент пересчета миллиграммов масляной кислоты в микрограммы;

$f_2$  — коэффициент пересчета активности на 1,25 мкмоль/мин в соответствии с определением;

$d$  — коэффициент разбавления пробы;

$t$  — время, в течение которого наблюдался расход гидроксида натрия, мин.

Данную формулу можно упростить, включив известные величины:  $c = 0,025$ ;  $f_1 = 1000$ ;  $f_2 = 1,25$ ;  $t = 10$ :

$$a_t = V \cdot 200 \cdot d. \quad (2)$$

### 8.2 Выражение результатов

Результаты выражают с точностью до трех значащих цифр.

## 9 Прецизионность

### 9.1 Межлабораторное испытание

Значения повторяемости и воспроизводимости, полученные на основе данного межлабораторного испытания, определены в соответствии с [4] и [5]. Подробности данного межлабораторного испытания, касающиеся прецизионности метода, приведены в приложении А.

Данные значения выражены для 95 %-ного уровня вероятности и могут быть неприменимы к диапазонам концентраций и растворам, отличным от приведенных.

Если в конечном итоге результаты демонстрируют существенно меньшее, чем в 95 % случаев, соответствие значениям, приведенным в 9.2 и 9.3, рекомендуется провести усовершенствование метода.

## 9.2 Повторяемость

Коэффициент вариации повторяемости  $C_{V,r}$ , выраженный в процентах, который показывает изменчивость независимых аналитических результатов, полученных одним и тем же оператором при использовании одного и того же оборудования при тех же условиях на одних и тех же анализируемых пробах в течение короткого интервала времени, должен не более чем в 5 % случаев превышать 9,9 % среднеарифметического значения результатов анализа.

При проведении двух определений при данных условиях абсолютная разница  $r_{rel}$  в процентах, между двумя результатами не должна превышать 27,7 % среднеарифметического значения результатов анализа.

## 9.3 Воспроизводимость

Коэффициент вариации воспроизводимости  $C_{V,R}$ , выраженный в процентах, который характеризует изменчивость независимых аналитических результатов, полученных операторами в разных лабораториях при использовании различного оборудования в различных условиях для анализа одних и тех же анализируемых проб, должен не более чем в 5 % случаев превышать 24,5 % среднеарифметического значения результатов анализа.

При проведении двух определений при данных условиях абсолютная разница  $R_{rel}$  в процентах, между двумя результатами не должна превышать 68,7 % среднеарифметического значения результатов анализа.

## 10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- б) используемый метод отбора проб, если он известен;
- в) используемый метод со ссылкой на настоящий стандарт;
- г) все детали проведения анализа, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые в качестве альтернативных, вместе с деталями, способными повлиять на результаты анализа;
- д) полученные результаты анализа;
- е) в случае проверки повторяемости — окончательный полученный зарегистрированный результат.

**Приложение А**  
**(обязательное)**

**Результаты межлабораторных испытаний**

**А.1 Общие положения**

Международное совместное испытание, включающее 12 лабораторий из семи стран, проводилось с использованием порошка преджелудочной липазы. Испытание было организовано M. Harboe, Дания. Результаты испытаний были подвергнуты статистическому анализу O. Lerau (Франция) в соответствии с [4] и [5].

**А.2 Пробы и результаты**

Международное совместное испытание проводилось с применением шести различных партий коммерческого порошка липазы, каждая из которых имела низкий, средний и высокий уровни активности. Пробы содержали преджелудочную липазу телят, ягнят и козлят отдельно или в смеси. Данные шесть проб были разделены на 12 необозначенных проб-дубликатов.

Результаты, приведенные в таблице А.1, основаны на межлабораторном испытании, проведенном в 2009 г., и не содержат данные лаборатории № 8 для проб 2/5 (Cochran), лаборатории № 1 для проб 3/4 (Cochran) и лаборатории № 12 для проб 8/9 и 7/11 (Grubbs).

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

| Наименование показателя                               | Проба липазы   |                |                |                  |                |               | Среднее значение |
|---|----------------|----------------|----------------|------------------|----------------|---------------|------------------|
|   | 2/5<br>высокая | 3/4<br>высокая | 1/6<br>средняя | 10/12<br>средняя | 7/11<br>низкая | 8/9<br>низкая |                  |
| Число лабораторий после исключения выбросов           | 12             | 12             | 12             | 11               | 10             | 10            | —                |
| Среднее значение, IU/g                                | 88,9           | 80,8           | 51,1           | 45,3             | 9,3            | 21,2          | —                |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$            | 10,5           | 7,2            | 5,5            | 2,3              | 1,4            | 1,7           | —                |
| Коэффициент вариации повторяемости $C_{V, r}$ , %     | 11,8           | 8,9            | 10,8           | 5,2              | 14,6           | 8,1           | 9,9              |
| Предел повторяемости $r$                              | 29,3           | 20,1           | 15,5           | 6,5              | 3,8            | 4,8           | —                |
| Абсолютная разница повторяемости $r_{rel}$ , %        | 33             | 24,8           | 30,3           | 14,5             | 40,9           | 22,6          | 27,7             |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$        | 15,5           | 17,3           | 12,7           | 12,5             | 2,2            | 6,7           | —                |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $C_{V, R}$ , % | 17,4           | 21,5           | 24,8           | 27,6             | 24,2           | 31,8          | 24,5             |
| Предел воспроизводимости $R$                          | 43,3           | 48,5           | 35,5           | 35               | 6,3            | 18,9          | —                |
| Абсолютная разница воспроизводимости $R_{rel}$ , %    | 48,7           | 60,1           | 69,3           | 77,3             | 67,7           | 89            | 68,7             |

## Библиография

- [1] ISO 648 Laboratory glassware — Single-volume pipettes
- [2] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling
- [3] ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks
- [4] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
- [5] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [6] IDF GROUP OF EXPERTS B12. The use of lipases in cheesemaking. Bull. Int. Dairy Fed. 1994, (294), pp. 2—20
- [7] FOOD AND NUTRITION BOARD. Lipase/esterase (forestomach) activity. In: Food chemicals codex, 4th edition (FC-CIV), p. 804. Washington, DC: National Academy Press, 1996
- [8] HARBOE, M. International collaborative study on determination of the lipase activity of pregastric lipase preparations. Bull. Int. Dairy Fed.

УДК 637.1:006.354

МКС 67.100.01

IDT

Ключевые слова: молоко и молочные продукты, препараты преджелудочной липазы, определение активности липазы, активность липазы, субстрат, жидкая проба липазы, порошкообразная проба липазы, проба сычужной пасты, свободные жирные кислоты

Редактор *Г.Н. Симонова*  
 Технический редактор *И.Е. Черепкова*  
 Корректор *Л.С. Лысенко*  
 Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
 Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.  
 Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)