

---

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

## 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*

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



## МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение массовой доли молочного жира  
методом фотоколориметрирования

Milk and milk products.

Determination of mass portion of milk fat using photocolourimetry 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 заготавливаемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. 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 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

**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 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  $\pm 1$  %, 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  $\pm 0,02$  г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры  $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры  $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

Термометр лабораторный нертутный стеклянный с диапазоном измерения от  $0^\circ\text{C}$  до  $100^\circ\text{C}$ , ценой деления шкалы  $1^\circ\text{C}$  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) бутылка вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

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

Палочки стеклянные, оплавленные.

Щипцы металлические.

Камера морозильная, обеспечивающая поддержание температуры минус  $(14 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

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  $(30 \pm 5)$  мин при температуре  $(60 \pm 2)$  °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  $(40\text{—}50)$  %. Полученные сепарированием сливки пастеризуют в водяной бане при температуре  $(85 \pm 2)$  °С в течение 3 мин и далее охлаждают их под проточной водой до температуры  $(10 \pm 2)$  °С. Затем сливки помещают в пластиковый контейнер и далее в морозильную камеру для достижения температуры минус  $(14 \pm 2)$  °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  $(55 \pm 5)$  °С. При этом они разделяются на два слоя, из которых верхний — жировой. Затем контейнер с пробой охлаждают до температуры  $(4 \pm 2)$  °С для перевода жира в твердое состояние. Верхний твердый слой жира осторожно переносят в чистый стакан. Стакан с жиром помещают в термостат при температуре  $(55 \pm 5)$  °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  $(85 \pm 2)$  °С в течение 3 мин и далее охлаждают их под проточной водой до температуры  $(10 \pm 2)$  °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  $(4 \pm 2)$  °С для перевода жира в твердое состояние. Верхний твердый слой жира осторожно переносят в чистый стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, помещают в термостат при температуре  $(60 \pm 2)$  °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 бутылку вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают  $(100,0 \pm 0,1)$  г продукта и добавляют 300 см<sup>3</sup> смеси хлороформа и этанола в соотношении 2:1 (по объему). Бутылку закрывают крышкой и перемешивают содержимое в течение 0,5—1,0 ч на лабораторном перемешивающем устройстве.

Полученный экстракт фильтруют в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> через сухой складчатый фильтр. Для отделения жировой фракции стакан помещают на 1 ч на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре  $(80 \pm 5)$  °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<sup>3</sup>. 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  $(18 \pm 2)^\circ\text{C}$  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 . . . . .  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ ;  
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  $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$  для полного и равномерного прогрева жира.

9.2 В дальнейшем 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  $(440 \pm 10)$  нм в отношении дистиллированной воды. Для каждой пробы снимают 4—5 показаний и вычисляют среднеарифметическое значение результатов измерений ( $D_{\text{ср}}$ ).

Измерение оптической плотности пробы проводят по возможности быстро, не допуская ее охлаждения в кювете ниже  $50^\circ\text{C}$  и кристаллизации жира.

## 10 Обработка результатов измерений

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

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

$$X_{\text{мж}} = X_1 \frac{D_{\text{ис}}}{D_{\text{гр}}} \quad (1)$$

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

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

$D_{\text{гр}}$  — 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:

$$|X_1 - X_2| \leq r,$$

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:

$$|X'_1 - X'_2| \leq R,$$

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:

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

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

$\Delta$  — 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  $\frac{1}{8}$ . 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.

[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЗВМ.

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