Изменение № 1 ГОСТ 32255—2013 Молоко и молочные продукты. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 90-П от 31.08.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12581

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Наименование стандарта. Заменить слова: «молочные продукты» на «молочная продукция».

Раздел 1. Первый абзац после слова «лактозы» дополнить словом: «,влаги»;

заменить слова: «молочных продуктах» на «молочной продукции»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Диапазоны измерения показателей: массовая доля белка от 1,5 % до 28,0 %, жира от 0,5 % до 42,0 %, лактозы от 3 % до 5,5 %, влаги от 25,0 % до 85,0 %, сухих веществ от 9,0 % до 55,0 %».

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — **;

дополнить сноской:

«** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009»;

исключить ссылки: ГОСТ 3624—92, ГОСТ 26809—86 и их наименования;

ссылку на ГОСТ 3626—73 дополнить знаком сноски — ***;

дополнить сноской:

«*** В Российской Федерации действуют: ГОСТ Р 54668—2011 «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества», ГОСТ Р 55063—2012 «Сыры и сыры плавленые. Правила приемки, отбор проб и методы контроля, ГОСТ Р 55361—2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля»;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-6—2003 дополнить знаком сноски — *4;

дополнить сноской:

«*4 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725.6—2002»;

заменить ссылку: ГОСТ 23327—78 на «ГОСТ 23327—98*5 Молоко и молочные продукты. Метод измерения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка.

*5 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53951—2010 «Продукты молочные, молочные составные и молокосодержащие. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля»;

ссылку на ГОСТ 24104—2001 дополнить знаком сноски — *6;

дополнить сноской:

«*6 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ ИСО 5725-1—2003*7 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

*7 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725.1—2002.

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты».

Пункты 3.1, 3.2 изложить в новой редакции:

«3.1 **продукты:** Молоко (сырое и питьевое), сливки (сырые и питьевые), жидкие кисломолочные и сквашенные продукты, напитки на основе молока и молочной сыворотки, творог и творожные продукты, сметана и сметанные продукты, сыры и сырные продукты.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

3.2 **инфракрасный анализатор (ИК-анализатор):** Прибор экспресс-анализа, предназначенный для определения показателей качества молока и молочной продукции методом инфракрасной спектроскопии поглощения в инфракрасной области спектра от 0,4 мкм до 11,0 мкм».

Раздел 4. После слова «лактозы» дополнить словом: «,влаги».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

ИК-анализатор, позволяющий проводить автоматизированное определение массовой доли белка, жира, лактозы, влаги и сухих веществ в молоке и молочной продукции в спектральном диапазоне от 0,4 мкм до 11,0 мкм, включающий программное обеспечение для установления градуировочной модели и обработки результатов измерений;

термометр жидкостной стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1,0 °С по ГОСТ 28498;

часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752;

баня водяная термостатируемая;

гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей 1000—10000 мин$^{-1}$, включающего емкость вместимостью 0,5—1,0 дм^3;

стаканы В-1—100, В-1—600 ТС по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—500—24/29 ТС ГОСТ 25336;

устройство измельчающее с диаметром решетки 2 мм, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией;

сито с размером ячеек 0,2 мм;

ложка или шпатель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не уступающих перечисленным выше и позволяющих проводить измерения в соответствии с положениями, установленными настоящим стандартом».

Раздел 7 изложить в новой редакции:

«**7 Отбор проб исследуемого продукта**

Отбор проб — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26809.2.

Если определение не может быть проведено сразу после отбора проб, то пробы хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 48 ч».

Подраздел 8.1 изложить в новой редакции:

«8.1 Подготовка проб

8.1.1 Молоко сырое и жидкие негомогенизированные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 см^3, нагревают для растворения жира на водяной бане до температуры (40 ± 2) °С, после чего полностью переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1 мин при частоте вращения ножей не более 1000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы. Измерение проводят сразу же.

8.1.2 Гомогенизированные молоко, сливки и жидкие молочные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 см^3, нагревают до температуры (40 ± 2) °С, тщательно перемешивают и сразу же проводят измерение.

8.1.3 Кисломолочные продукты без наполнителей

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 см^3, нагревают на водяной бане до температуры (40 ± 2) °С, тщательно перемешивая круговыми движениями шпателем на всю глубину продукта, добиваясь полного освобождения от пузырьков воздуха, однородности, и сразу же проводят измерения.

8.1.4 Творог и творожные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 см^3, доводят до температуры (20 ± 2) °С, переносят в стакан гомогенизатора вместимостью 500—1000 см^3 и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 1000 до 5000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы. Затем пробу переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см^3.

8.1.5 Сметана и сметанные продукты

Пробу продукта помещают в лабораторный стакан вместимостью 600 $см^3$, нагревают на водяной бане до температуры (30 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем на всю глубину продукта, и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Измерение проводят сразу же, не допуская образования пузырьков воздуха.

8.1.6 Сыры и сырные продукты

Пробу продукта измельчают на мелкой терке и переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$.

8.1.7 Подготовку инфракрасного анализатора к измерениям проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора (далее — инструкция к прибору)».

Подраздел 8.2. Заголовок изложить в новой редакции; дополнить абзацем (после заголовка):

«**8.2 Подготовка ИК-анализатора к работе**

Перед началом работы ПК-анализатор прогревают не менее 1 ч. Подготовку ИК-анализатора, а также его предварительную градуировку и проверку градуировки проводят в соответствии с требованиями инструкции к прибору или в соответствии с 8.2.1—8.2.4».

Пункт 8.2.1 Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«**8.2.1 Градуировка ИК-анализатора**

Базовые градуировки ИК-анализатора для измерения показателей качества продукции являются частью программного обеспечения прибора и не требуют коррекции, если показания анализатора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1—11 в части показателей: «Предел повторяемости» и «Границы абсолютной погрешности измерений при указанных диапазонах измерения». Если показания ИК-анализатора не соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1—11, проводят коррекцию базовых градуировок в соответствии с инструкцией к прибору.

Коррекция базовых градуировок ИК-анализатора заключается в следующем:»;

последний абзац. Заменить слова: «в таблицах 1 и 2» на «в таблицах 1—11».

Пункты 8.2.2, 8.2.3 изложить в новой редакции:

«8.2.2 Образцы для коррекции градуировки представляют собой образцы продукта с известными значениями измеряемых показателей, установленными следующими методами:

- определение массовой доли белка — по ГОСТ 23327;
- определение массовой доли жира — по ГОСТ 22760;
- определение массовой доли лактозы — в соответствии с методикой, установленной в приложении А ;
- определение массовой доли влаги и сухого вещества — по ГОСТ 3626.

8.2.3 Проверку градуировки ИК-анализатора проводят перед началом работы в соответствии с инструкцией к прибору. Проверка градуировки заключается в сравнении значений показателей прибора при анализах контрольных образцов. Перечень контрольных образцов приведен в инструкции к прибору. Если показания ИК-анализатора соответствуют требованиям, указанным в таблицах 1—11 (значение предела повторяемости), ИК-анализатор считается готовым к работе. Если показания ИК-анализатора не соответствуют указанным требованиям, то проводят коррекцию градуировки согласно 8.2.2».

Разделы 9, 10, 11 изложить в новой редакции:

«**9 Проведение измерений**

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы продукта в соответствии с инструкцией к прибору. Каждую параллельную пробу продукта загружают в измерительную ячейку и затем снимают показания прибора.

10 Обработка результатов измерений

10.1 За окончательный результат измерения принимается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости (пункт 3.14 ГОСТ ИСО 5725-1), если соблюдается условие приемлемости по 11.1.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочной продукции при $P = 0,95$ приведены в таблицах 1—11.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молоке и молочных продуктах*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,09
Сливки сырые и питьевые	От 1,5 до 3,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 2,6 до 4,0	0,12	0,14	0,09

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,8 до 5,5	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 0,5 до 6,0	0,12	0,14	0,10
Сливки сырые и питьевые	От 9,0 до 42,0	0,10	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 0,5 до 5,0	0,12	0,15	0,10

Таблица 3 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,21	0,15
Молоко питьевое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,20	0,14
Кисломолочные продукты	От 3,0 до 4,5	0,25	0,37	0,26

* Метрологические характеристики в таблицах 1—4 были определены с применением ИК-анализатора «MilkoScan FT1 Advanced» фирмы «Foss Analytical A/S» (Дания).

Таблица 4 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли сухих веществ в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 9,0 до 14,0	0,25	0,50	0,35
Молоко питьевое	От 9,0 до 13,5	0,20	0,42	0,30
Сливки сырые и питьевые	От 20,0 до 55,0	0,20	0,42	0,30
Жидкие кисломолочные продукты	От 9,0 до 16,0	0,25	0,50	0,35

Таблица 5 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молочной продукции*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог	От 10,0 до 20,0	0,50	0,70	0,50
Творожные продукты	От 8,0 до 16,0	0,50	0,77	0,54
Сметана и сметанные продукты	От 1,5 до 3,5	0,12	0,20	0,15
Сыры	От 20,0 до 28,0	0,80	1,30	0,90
Сырные продукты	От 18,0 до 26,0	0,80	1,30	0,90

Таблица 6 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог и творожные продукты	От 0,5 до 7,0	0,14	0,16	0,12
	Св. 7,0 до 20,0	0,30	0,50	0,35
Сметана и сметанные продукты	От 10,0 до 35,0	0,20	0,40	0,30
Сыры	От 18,0 до 30,0	0,25	0,60	0,40
Сырные продукты	От 20,0 до 35,0	0,30	0,75	0,53

* Метрологические характеристики в таблицах 5—7 были определены с применением ИК-анализатора «FoodScan» фирмы «Foss Analytical» (Дания).

Таблица 7 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли влаги в молочной продукции

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Творог и творожные продукты	От 55,0 до 80,0	0,40	0,75	0,55
Сметана и сметанные продукты	От 60,0 до 85,0	0,30	0,55	0,40
Сыры	От 30,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00
Сырные продукты	От 25,0 до 50,0	1,20	1,50	1,00

Таблица 8 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли жира в молоке и молочных продуктах*

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,8 до 5,5	0,10	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 0,5 до 6,0	0,10	0,14	0,10
Сливки сырые и питьевые	От 9,0 до 42,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 0,5 до 5,0	0,12	0,20	0,14

Таблица 9 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли белка в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,10
Молоко питьевое	От 2,6 до 3,6	0,12	0,14	0,09
Сливки сырые и питьевые	От 1,5 до 3,0	0,12	0,17	0,12
Жидкие кисломолочные продукты	От 2,6 до 4,0	0,15	0,25	0,18

* Метрологические характеристики в таблицах 8—11 были определены с применением ИК-анализатора «LactoScope FTIR Advanced» фирмы «Delta Instruments» (Нидерланды).

Таблица 10 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 4,0 до 5,5	0,14	0,24	0,17
Молоко питьевое	От 4,0 до 5,5	0,12	0,23	0,16
Кисломолочные продукты	От 3,0 до 4,5	0,25	0,37	0,26

Таблица 11 — Метрологические характеристики метода определения массовой доли сухих веществ в молоке и молочных продуктах

Вид продукта	Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %
Молоко сырое	От 9,0 до 14,0	0,25	0,50	0,35
Молоко питьевое	От 9,0 до 13,5	0,22	0,45	0,32
Сливки сырые и питьевые	От 20,0 до 55,0	0,22	0,45	0,32
Жидкие кисломолочные продукты	От 9,0 до 16,0	0,25	0,50	0,35

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (1)$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений массовой доли определяемого показателя, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), %, значение которого приведено в таблицах 1—11.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений анализируемых продуктов, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \quad (2)$$

где X'_1, X'_2 — значения двух параллельных определений массовой доли определяемого показателя, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, %, значение которого приведено в таблицах 1—11.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3)».

Раздел 12. Заменить слова: «Молочных продуктов» на «молочной продукции», «(таблицы 1, 2)» на «(таблицы 1—11)».

Приложение А исключить.
Приложение Б. Заменить слова: «Приложение Б» на «Приложение А».
Ключевые слова. Заменить слова: «продукты молочные» на «продукция молочная».

(ИУС № 12 2016 г.)