

Изменение № 1 ГОСТ 31506—2012 Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 81-П от 27.10.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11528 от 02.11.2015

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

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

Раздел 2. Дополнить ссылками:

«ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24363—88 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»;

ссылку на ГОСТ 26809—86 изложить в новой редакции:

«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»;

ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *:

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

примечание изложить в новой редакции:

«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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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».

Раздел 5. Четвертый и пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$;

шестой абзац после слов « $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ » дополнить словами: «и $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ »;

пятнадцатый абзац после слов «Цилиндры» дополнить словами: «1-25-2, 1-50-2,»;

девятнадцатый абзац после слов «ГОСТ 12026» дополнить словами: «ФБ-II, ФС-II»;

двадцать пятый абзац изложить в новой редакции:

«Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья по ГОСТ 5962, высшей очистки»;

дополнить абзацами:

«Баня глицериновая, обеспечивающая поддержание температуры до 150°C с точностью до $1,0^\circ\text{C}$. Пипетка 1-1-2-5 по ГОСТ 29227.

Колба Кн-1-25-14/23, Кн-1-50-24/29, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом (Бунзена) 2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 3 ГОСТ 9147.

Воронка ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—05—01.

Воронка ВФ-3-100, с диаметром пор 80 мкм, ХС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, ч.д.а.

Дигитонин, содержание основного вещества не менее 90 %, по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч., раствор с массовой долей 40 %.

Эфир диэтиловый, ч.д.а., по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт».

Раздел 7 дополнить подразделами 7.2, 7.3:

«7.2 Приготовление раствора калия гидроокиси с массовой долей 40 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (40,000 ± 0,005) г калия гидроокиси, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3 Приготовление спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (1,000 ± 0,005) г дигитонина и растворяют в небольшом количестве этилового ректифицированного спирта. Объем раствора доводят этиловым ректифицированным спиртом до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.».

Раздел 9 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«9.1 В коническую колбу вместимостью 500 см³ помещают от 100 мг до 15 г жира, выделенного в соответствии с требованиями раздела 7, добавляют 10 см³ раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 % и 20 см³ этилового спирта.

Присоединяют к колбе воздушный холодильник и нагревают смесь на водяной бане до получения прозрачного раствора. Затем продолжают нагревание еще 30 мин или 1 ч.

9.2 Добавляют 60 см³ дистиллированной воды, затем 180 см³ этилового спирта, нагревают смесь на водяной бане до 40 °С. Добавляют 30 см³ спиртового раствора дигитонина массовой концентрации 10 г/дм³, перемешивают вращательными движениями и охлаждают при температуре 5 °С в течение 12 ч.

9.3 Собирают выделившийся дигитонин стерина, пропуская полученный раствор через фильтрующую воронку с диаметром пор 80 мкм и фильтровальную бумагу.

Промывают осадок на фильтре водой температурой 5 °С до прекращения пенообразования, затем промывают последовательно с 25—50 см³ этилового спирта и с 25—50 см³ диэтилового эфира.

9.4 Полученный осадок вместе с фильтровальной бумагой помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 10—15 мин. Сухой остаток на фильтре является дигитонином стерина.

9.5 В коническую колбу вместимостью 25 см³ помещают (100 ± 5) мг дигитонина стерина, добавляют 1 см³ уксусного ангидрида, нагревают на глицериновой бане при температуре 130 °С — 145 °С до растворения дигитонина, после чего нагревание продолжают еще 2 мин. Затем раствор охлаждают до 80 °С.

Не используют прямой нагрев раствора, так как возможно разбрызгивание.

9.6 К охлажденному до 80 °С раствору (9.5) добавляют 4 см³ этилового спирта, перемешивают, слегка нагревают для растворения стерил ацетата, который может кристаллизоваться.

9.7 Теплый раствор фильтруют через бумажный фильтр средней фильтрации, промывая этиловым спиртом. Полученный фильтрат постепенно нагревают до слабого кипения. В кипящий раствор аккуратно по каплям из пипетки с одновременным энергичным встряхиванием добавляют 1,0—1,5 см³ дистиллированной воды до такого состояния, пока стерил ацетат не начнет выпадать в осадок, но при этом еще возвращаясь в раствор (до насыщенного раствора). В образующийся осадок стерил ацетата добавляют несколько капель этилового спирта. Охлаждают на воздухе 2 ч и затем окончательно в холодной воде 30 мин.

9.8 Выделившийся стерил ацетат фильтруют через фильтровальную бумагу высокой фильтрации, применяя фильтрующее устройство (колба Бунзена и воронка Бюхнера) с водоструйным насосом, и промывают кристаллы 1 см³ этилового спирта (80 % об.).

9.9 Выделившиеся кристаллы для повторного растворения нагревают с 1 см³ этилового спирта. Охлаждают 15 мин на воздухе, затем 5 мин в холодной воде. Выкристаллизовавшийся стерил ацетат фильтруют по 9.8.

9.10 При необходимости (для лучшей очистки) рекристаллизацию и фильтрацию повторяют 3—4 раза.

9.11 В коническую колбу вместимостью 25 см³ помещают 10 мг стерил ацетата, добавляют 1 см³ этилового спирта, аккуратно перемешивают и добавляют 1—2 капли раствора гидроокиси калия с массовой долей 40 %.

9.12 Раствор нагревают на кипящей водяной бане до начала закипания и растворения стерил ацетата.

9.13 Добавляют 10 см³ дистиллированной воды. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, добавляют 25 см³ диэтилового эфира и встряхивают. После разделения смеси водный слой удаляют.

9.14 Оставшийся слой промывают тремя порциями по 5 см³ дистиллированной воды. Затем переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ и выпаривают насухо.

9.15 Остаток растворяют в 10 см³ этанола (80 % об.). Каплю раствора помещают на предметное стекло для микроскопии, равномерно распределяя ее по поверхности, закрывают покровным стеклом, выдерживают до начала кристаллообразования по краям предметного стекла, переворачивают и смотрят под микроскопом по мере кристаллизации при линейном увеличении в 200 раз. Формы кристаллов стерилнов оценивают визуально, сравнивая их со сравнительным образцом.

Формы сравнительных образцов представлены в приложении А».

(ИУС № 3 2016 г.)