
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34536—
2019

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение массовой доли сывороточных белков методом Кьельдаля

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным научным учреждением «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ» (ФГАНУ «ВНИМИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-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 |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 сентября 2019 г. № 605-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34536—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2020 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54756—2011*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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».

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 сентября 2019 г. № 605-ст ГОСТ Р 54756—2011 отменен с 1 июля 2020 г.

© Стандартиформ, оформление, 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

Содержание

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Термины и определения | 2 |
| 4 Сущность метода | 2 |
| 5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы | 3 |
| 6 Отбор и подготовка проб | 4 |
| 7 Подготовка к проведению измерений | 4 |
| 8 Условия проведения измерений | 5 |
| 9 Проведение измерений | 5 |
| 10 Обработка результатов измерений | 6 |
| 11 Проверка приемлемости результатов измерений | 7 |
| 12 Оформление результатов измерения | 7 |
| 13 Требования безопасности | 7 |
| 14 Требования к оператору | 8 |
| Библиография | 8 |

МКС 67.100.10

**Поправка к ГОСТ 34536—2019 Молоко и молочная продукция. Определение массовой доли сыворо-
роточных белков методом Кьельдаля**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть | | |
|----------------------------------------|------------|-------------|----|-------------------------------------|
| Предисловие. Таблица согла- сования | — | Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |

(ИУС № 8 2020 г.)

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ**Определение массовой доли сывороточных белков методом Кьельдаля**

Milk and milk products. Determination of mass fraction of whey proteins by Kjeldahl method

Дата введения — 2020—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочную продукцию: сырое молоко, питьевое молоко, сырые сливки, питьевые сливки, концентраты сывороточных белков (далее — продукт) и устанавливает определение массовой доли сывороточных белков методом Кьельдаля.

Диапазон измерения массовой доли сывороточных белков от 0,30 % до 80,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5833 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

- ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молочосодержащие продукты
ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия
ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251—91 (ИСО 31-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ ISO 707* Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб
ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ ИСО 5725-1—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ГОСТ ИСО 5725-6—2003*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на ссылочный стандарт дана недатированная ссылка, то следует использовать стандарт, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого стандарта. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. 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 по [1], а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 сывороточные белки: Растворимая часть молочного белка, остающаяся в сыворотке после осаждения казеина.

4 Сущность метода

Метод основан на предварительном осаждении казеиновой фракции белка анализируемой пробы продукта раствором уксусной кислоты, последующей минерализации полученного фильтрата в присутствии концентрированной серной кислоты, окислителя и катализатора с образованием сернокислого аммония, переводе фильтрата в аммиак, отгонке аммиака в растворе борной кислоты и количественном определении аммиака титриметрическим методом и расчете массовой доли

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 707—2010.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

азота в анализируемой пробе продукта с последующим пересчетом результатов на массовую долю сывороточных белков в продукте.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 1 мг, $\pm 0,01$ г.

Система для определения азота и белка методом Кьельдаля, включающая:

- блок для сжигания образцов (дигестор), обеспечивающий нагрев до температуры 400—450 °С, оснащенный системой для отвода отработанных газов (паров) и комплектом пробирок Кьельдаля из термостойкого стекла;

- систему дистилляции образцов с ручной, полуавтоматической или автоматической подачей реагентов и дистиллированной воды.

Термометр жидкостный (не ртутный) диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая скорость центрифугирования 8000—10000 об./мин.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

Баня водяная термостатируемая.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или система удаления и нейтрализации паров кислоты (скруббер).

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1—1(2)—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы 1(2)—100—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнения 1(2)—1(2)—1(2)—1, 1(2)—1(2)—1(2)—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(3)—25—2, 1(3)—50—2, 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн—2—250 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки центрифужные вместимостью 30—100 см³, подходящие для применяемой центрифуги.

Стакан В-1—150, В-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан 7 по ГОСТ 9147.

Воронки В-56—80, В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Лодочки для сжигания ЛС 2 по ГОСТ 9147

Палочки стеклянные оплавленные.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Шпатель металлический (фарфоровый) или ложка.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бромкрезоловый зеленый, ч. д. а.

Водорода пероксид (перекись водорода) по ГОСТ 10929, х. ч., 30 %-ный раствор.

Калий серноокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч., раствор массовой концентрации 40 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1830—1840 кг/м³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с объемной долей уксусной кислоты 10 %.

Медь (II) серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Метиленовый голубой, ч. д. а.

Метиловый красный, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор массовой концентрации 330 г/дм³.

Сахароза по ГОСТ 5833, х. ч., содержание азота не более 0,002 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающего вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим

необходимую точность измерений, а также допускается применение реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ ISO 707.

Сырое молоко и сливки, если измерение не может быть проведено сразу после отбора проб, хранят в холодильнике при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ не более 36 ч.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Приготовление реактивов

7.1.1 Приготовление смешанного катализатора

В фарфоровой ступке смешивают одну весовую часть сернокислой меди и 30 весовых частей сернокислого калия, тщательно растирают их пестиком, перемешивая до получения мелкозернистого порошка.

Срок хранения смешанного катализатора при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.1.2 Приготовление 10 %-ного раствора уксусной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают $(10,00 \pm 0,01)$ г уксусной кислоты и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

7.1.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³

Используют стандарт-титр соляной кислоты. Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к набору инструкцией.

Срок хранения раствора в плотно закупоренной посуде из темного стекла — не более 1 мес.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ и установку его точной концентрации (поправочного коэффициента) допускается проводить по ГОСТ 25794.1.

7.1.4 Приготовление раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают $(40,00 \pm 0,01)$ г борной кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды температурой $(45 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и тщательно перемешивают. После охлаждения раствора до температуры $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 14 сут.

7.1.5 Приготовление смешанного индикатора

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают $(0,200 \pm 0,001)$ г метилового красного и $(0,100 \pm 0,001)$ г метиленового голубого [или $(0,100 \pm 0,001)$ г бромкрезолового зеленого], растворяют в небольшом количестве этилового спирта. Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закупоренной посуде из темного стекла при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ — не более 10 сут.

7.1.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 330 г/дм³

В фарфоровый стакан вместимостью 1000 см³ помещают $(330,00 \pm 0,01)$ г гидроокиси натрия, растворяют в 670 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения реагента, охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Примечание — Возможно использование раствора гидроокиси натрия других концентраций согласно рекомендациям производителей систем дистилляции образцов.

Срок хранения раствора — не более 14 сут.

7.2 Подготовка системы дистилляции к работе

Перед работой систему дистилляции подготавливают в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, установив в прибор пустую пробирку Кьельдаля и приемную коническую колбу вместимостью 250 см³.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — (55 ± 25) %;
- атмосферное давление — (96 ± 10) кПа.

9 Проведение измерений

Пробу продукта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

9.1 В центрифужную пробирку вместимостью 30—100 см³ помещают 20,0 г анализируемого продукта, предварительно нагретого на водяной бане до температуры 40—45 °С. В подогретую пробу добавляют 1 см³ 10 %-ного раствора уксусной кислоты и оставляют в покое на 5 мин для осаждения казеина. Для более полного осаждения и получения прозрачного фильтрата смесь центрифугируют при (8000—10000) об./мин в течение 10 мин. Образовавшийся осадок отфильтровывают через бумажный складчатый фильтр для получения прозрачного фильтрата.

9.2 В лодочку для сжигания взвешивают 2,000—3,000 г фильтрата, полученного по 9.1, и аккуратно помещают ее в пробирку Кьельдаля. Добавляют 1,50—2,00 г смешанного катализатора (или таблетки готового смешанного катализатора), осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и 10 см³ 30 %-ного раствора перекиси водорода.

9.3 Пробирку устанавливают в холодный блок для сжигания (дигестор), соединяют с системой для отвода отработанных паров серной кислоты и приступают к ступенчатому нагреву от 210 °С с последующим повышением температуры до 400—450 °С.

При наличии черных частиц на горловине пробирки (если они не захватываются конденсатом паров кислоты в период кипения или кислотой при перемешивании содержимого пробирки) следует хорошо охладить пробирку, смыть эти частицы в пробирку небольшим количеством дистиллированной воды, затем продолжить сжигание.

После того как жидкость в пробирке обесцветится (допускается слегка зеленоватый или голубой оттенок), нагрев продолжают еще в течение 30 мин, затем дают пробирке остыть до температуры (20 ± 5) °С.

9.4 В подготовленную по 7.2 систему дистилляции вместо пустой пробирки Кьельдаля устанавливают пробирку Кьельдаля с минерализованной по 9.3 пробой и пустую приемную коническую колбу вместимостью 250 см³.

В пробирку Кьельдаля с минерализованной пробой добавляют 50 см³ раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 330 г/дм³ и 50 см³ дистиллированной воды.

В приемную колбу помещают 25 см³ борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³ и четыре капли смешанного индикатора. В холодильнике системы дистилляции пары раствора аммиака конденсируются и попадают в приемную колбу с раствором борной кислоты.

Перегонку продолжают в течение 5—6 мин до достижения объема дистиллята 100—120 см³, при этом раствор борной кислоты в приемной колбе приобретает зеленое окрашивание.

Примечание — При применении других систем дистилляции в приемную колбу помещают реагенты в соответствии с прилагаемой к прибору инструкцией.

9.5 По окончании перегонки содержимое приемной колбы титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до перехода окраски индикатора от зеленой к серо-фиолетовой. При избытке титрующего раствора окраска индикатора становится фиолетовой.

9.6 Для внесения соответствующей поправки на реактивы в результат измерения проводят определение массовой доли азота в контрольной пробе, используя вместо анализируемого продукта 2 см³ дистиллированной воды или $(0,100 \pm 0,001)$ г сахарозы. Определение массовой доли азота в

контрольной пробе проводят по трем параллельным определениям. За окончательный результат определения поправки на реактивы принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений.

Контрольную пробу проводят при замене хотя бы одного из реактивов.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую долю сывороточных белков X , %, в анализируемой пробе продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot n \cdot 14,0067 \cdot 6,28}{m \cdot 1000} \cdot 100, \quad (1)$$

где V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованной на титрование испытуемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованной на титрование контрольной пробы, см³;

n — фактическая молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм³, в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1;

14,0067 — масса азота, эквивалентная 1 дм³ раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³, г;

6,28 — коэффициент пересчета массовой доли азота в анализируемой пробе на массовую долю сывороточных белков;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 9.2, г;

1000 — коэффициент пересчета кубических сантиметров в кубические дециметры.

Допускается проводить расчет массовой доли сывороточных белков с применением программного обеспечения к прибору.

Результаты вычислений округляют до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Метрологические характеристики метода определения массовой доли сывороточных белков при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

| Наименование продукции | Диапазон измерений массовой доли сывороточных белков | Предел повторяемости r | Предел воспроизводимости R | Границы относительной погрешности $\pm \delta$ |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|--------------------------|------------------------------|------------------------------------------------|
| Молоко, молочные продукты | 0,30 – 8,00 | $0,15X_{\text{cp}}^*$ | $0,25 X'_{\text{cp}}^{**}$ | 18 |
| Концентраты сывороточных белков | 2,00 – 80,00 | $0,05X_{\text{cp}}^*$ | $0,10 X'_{\text{cp}}^{**}$ | 8 |
| <p>*X_{cp} — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, %.</p> <p>**X'_{cp} — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %.</p> | | | | |

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли сывороточных белков в анализируемом продукте, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли сывороточных белков в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, % (см. таблицу 1).

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—2003 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли сывороточных белков в анализируемом продукте, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии

$$|X'_1 - X'_2| \leq R, \quad (3)$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух определений массовой доли сывороточных белков в анализируемом продукте, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, % (см. таблицу 1).

Если данное условие не выполняется, то проверяют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3).

12 Оформление результатов измерения

Результат определения массовой доли сывороточных белков в анализируемом продукте представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде

$$X_{cp} \pm \delta \cdot 0,01 \cdot X_{cp}, \text{ \%}, \text{ при } P = 0,95, \quad (4)$$

где X_{cp} — среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, удовлетворяющих условию приемлемости по 11.1, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (см. таблицу 1).

13 Требования безопасности

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;

ГОСТ 34536—2019

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;

- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

14 Требования к оператору

Выполнение измерений проводит специалист, имеющий специальное образование и освоивший метод в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Библиография

- [1] Технический регламент
Таможенного союза ТР ТС 033/2013
- О безопасности молока и молочной продукции

УДК 637.147.2:543.06:006.354

МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко сырое, молоко питьевое, сливки сырые, сливки питьевые, концентраты сывороточных белков, продукция молочная, метод Кельдаля, массовая доля сывороточных белков, массовая доля азота

БЗ 7—2019/83

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 05.09.2019. Подписано в печать 30.09.2019. Формат 60×84^{1/8}. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

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 info@gostinfo.ru