



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫң МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері
МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ
Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

Молоко сухое и сухие молочные продукты
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
Гравиметрический метод (Контрольный метод)

КР СТ ИСО 1736-2009
*ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content –
gravimetric method (reference method), IDT*

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері

МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

КР СТ ИСО 1736-2009

ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method), IDT

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасы Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны 3-тармақта көрсетілген стандарт аудармасы негізінде **ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Тәрағасының 2009 жылғы 17 тамызыдағы № 418-од бұйрығымен **БЕКІТІЛПІ ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбейу сызықпен бөлінген қосымша талаптары болатын ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method) (Сүт және сүт өнімдері. Майдын құрамын анықтау. Гравиметриялық әдіс (Бакылау әдісі) халықаралық стандартымен бірдей

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының нормалары жүзеге асырылды

**5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2014 жыл
5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қарған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиисті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Принцип	3
4	Реактивтер	3
5	Аспаптар	4
6	Сынамаларды іріктеу	5
7	Сынақ үлгісін дайындау	6
8	Өткізу тәртібі	6
9	Нәтижелерді өндөу	11
10	Дәлдік	11
11	Бақылау нәтижелерін рәсімдеу	12
	А косымшасы (міндетті) Процедураларға жасалатын ескертпелер	13
	Б қосымшасы (ақпараттық) Бөтелкені жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындау үшін түтікшелер қолданылатын балама процедура	15
	Библиография	19

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сүт және сүт өнімдері

МАЙДЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

Гравиметриялық әдіс (Бақылау әдісі)

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт сүт және сүт өнімдеріне таралады және майдың массалық үлесін анықтаудың гравиметриялық әдісін (бақылау әдісі) белгілейді. Әдіс сондай-ақ майдың массалық үлесі 40 % және одан артық болатын құрғақ сүт, қаймағы алынған құрғақ сүт, құрғақ сарысу, құрғақ іркіт және майды қаймақты былғағаннан кейінгі құрғақ іртік үшін қолданылады.

Әдіс мүсөтір спиртінде ерімейтін немесе еркін май қышқылдарындағы катты түйірлер болатын құрғақ сүтке таралмайды.

ЕСКЕРТПЕ Қатты түйірлер болатын құрғақ сүттегі майдың құрамы ҚР СТ ИСО 8262-3 сәйкес Вейбул-Бернтроп әдісімен анықталады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты колдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан республикасының Мемлекеттік техникалық реттегеу жүйесі. Халықаралық, өңірлік және үлттық стандарттарды және стандарттартау, метрология, сертификаттау және аккредиттегеу бойынша нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлием бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлиеу құралдарын салыстырып тексеру. Үйімдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлием бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлиеу құралдарының типіне сынақ жүргізу және бекіту тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлием бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Метрологиялық аттестаттартау өткізу тәртібі.

Ресми басылым

КР СТ 2.75-2009 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлием бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сынақ жабдығын аттестаттау тәртібі.

КР СТ ИСО 8262-3-2009 Сұт өнімдері және сұт негізіндегі тамақ өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметриялық әдісімен анықтау (бақылау әдісі). 3-бөлім. Арнайы оқиғалар.

ГОСТ 1770-74 (СЭВ СТ 1247-78, СЭВ СТ 4021-83, СЭВ СТ 4977-85) Зертханалық олигейтін шыны ыдыс. Цилиндрлер, олигектер, құтылар, сынауықтар. Жалты техникалық шарттар.

ГОСТ 3622-68 Сұт және сұт өнімдері. Сынамаларды іріктеу және оларды сынаққа дайындау.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 1-бөлім. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 2-бөлім. Стандарттық өлиеу әдісінің қайталаныштығы мен ондірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 3-бөлім. Стандарттық өлиеу әдісінің аралық дәлме-әләлдік корсеткіштері.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 4-бөлім. Стандарттық өлиеу әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 5-бөлім. Стандарттық өлиеу әдісінің дәлме-әләлдігін анықтаудың бағама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлиеу әдістері мен нәтижелерінің әләлдігі (дұрыстық және дәлме-әләлдік). 6-бөлім. Практикада дәлдік мәндерін пайдалану.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалты техникалық талаптар.

ГОСТ 13928-84 Дайындалатын сұт және қаймақ. Қабылдау ережелері, сынамаларды іріктеу әдістері және оларды талдауға дайындау.

ГОСТ 26809-86 Сұт және сұт өнімдері. Қабылдау ережелері, сынамаларды іріктеу әдістері және оларды талдауға дайындау.

ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыс. Бір таңбалы тамишуыр.

*ИСО 3889:2006 Сұт және сұт өнімдері. Майдың құрамын анықтау. Майды шайғындауға арналған Можонье типті құтылар.**

** КР СТ 1.9 сәйкес қолдану керек.*

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдаланган кезде, жыл сайын шыгатын «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» атты ақпараттық сілтеме бойынша стандарттар мен жеке стандарттердің қолданысын ағымдағы жылдың жай-күйі және ағымдағы жылы жасарыланған ай сайын шыгарылатын тиісті ақпараттық сілтемелер бойынша тексерген жөн. Егер сілтемелік құжат аудиострылса (өзгертілсе), онда осы стандартты пайдаланған кезде, аудиострылған (өзгертілген) құжатты басшылықта алған дұрыс. Егер сілтемелік құжат аудиострылмай жойылса, онда сілтеме берілетін ереже осы сілтемеге қатыссыз бөлімде қолданылады.

3 Принцип

Улгінің жұмыстық бөлігінің аммиакты спирт ерітіндісі диэтилді және петройлейн эфирі қосылып шайғындалады. Еріткіштер айдау немесе булау арқылы жойылады. Шайғындалған зат массасы анықталады.

ЕСКЕРТПЕ Ол әдетте Роуз-Готлибно принципі ретінде белгілі.

4 Реактивтер

4.1 Егер басқа қолдану тәсілі көрсетілмесе, талдамалық тазалығы танылған реагенттерді ғана, тазартылған және минералсызданған немесе балама тазалықтағы суды қолдану керек.

Реагенттер әдіспен белгіленген анықтауларды орындаған кезде, сезілетін тұнбаларсыз болуға тиіс (8.2.2 қараныз).

4.2 Шамамен 25 % ($\rho_{20} = 910 \text{ г/дм}^3$) жуық NH_3 массалық үлесі болатын мұсәтір спирті.

ЕСКЕРТПЕ Егер осы концентрациядағы мұсәтір спиртіне қол жетпейтін болса, онда концентрациясы белгілі барынша концентриренген ерітінді қолданылуы мүмкін (10.4.2 қаралу керек).

4.3 Этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) немесе көлемдік үлесі, кем дегенде, 94 % метанолмен жарамсызданған этанол. (А.5 тармақшасын қараныз).

4.4 Қызыл конго ерітіндісі

1 г қызыл конгоны ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) суда 100 cm^3 бір таңбалы өлшеу құтысында еріту қажет (5.14). Таңбага дейін су толтыру керек.

ЕСКЕРТПЕ Осы ерітіндін қолдануға рұқсат етіледі, еріткіш пен су қабаты арасындағы бетті айқын көруге мүмкіндік береді (8.4.4 қаралу керек). Басқа индикаторлық су ерітінділері олар анықтау нәтижесіне әсер етпейтін жағдайда ғана қолданылуы мүмкін.

4.5 Антиоксиданттар 2 мг/кг артық болмайтын және бақылау сынағына арналған талаптар сакталатын тотықсыз ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) (А.3 тармақшасын қараныз) диэтил эфирі (8.2.2, А.1 және А.4 тармақшасын қаралу керек).

ЕСКЕРТПЕ Диэтил эфирін қолдану қауіпті оқиғаларға әкелуі мүмкін. Қолдану, пайдалану және бақылауға арналған ағымдағы қауіпсіздік шараларын қадағалау керек.

4.6 30°C бастап 60°C дейінгі температурада қайнау аралығы болатын немесе балама ретіндегі петройлейн эфири, 36 °C температурада қайнау нүктесі болатын және бақылау сынағына арналған талаптар сақталатын пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) (8.2.2, А.1 және А.4 тармақшасын қараңыз).

Пентанды пайдалану оның жоғарғы тазалық деңгейі мен біркелкі сапасына байланысты ұсынылады.

4.7 Араластырылған еріткіш

Қолдануға шамалы қалғанда, диэтил эфири (4.5) мен петройлейн эфирин (4.6) бірдей көлемде араластыру керек.

5 Аспаптар

ЕСКЕРТПЕ Анықтау тез тұтандатын ұшпа еріткіштердің қолданылуын қамтитын болғандықтан, барлық электрлік аспаптарды қолдануда осындай еріткіштерді пайдалануда қауіпті факторларға кәтысты нормалар сакталуға тиіс.

5.1 ГОСТ 24104 бойынша есептеу мүмкіндігі болатын 1 мг дәлдікпен өлшеуге жарамды талдамалық таразылар.

5.2 Құтыны ұстап тұруға жарамды үйірткі және майды шайғындауға арналған (5.6) және құты немесе тұтікшениң сыртқы жағына 80 г бастап 90 г дейін радиалды ұдетумен өңдеу кезінде айналу жиілігі 500 мин^{-1} бастап 600 мин^{-1} дейінгі тұтікшелер.

Үйірткін пайдалану косымша, бірақ ұсынылған болып табылады (8.4.7 карау керек).

5.3 Айдағыш немесе айдау немесе конус тәрізді құтыдан еріткіштер мен этанолды тазартуға немесе 100 °C аспайтын температурада зертханалық тостаған мен шыныаяқтан булауға арналған тозандату қондырғысы (8.4.14 карау керек).

5.4 (102 ± 2) °C температуралы сактайтын, толығымен ашылатын желдету көзі болатын электрлік кыздыратын кептіру шкафы.

Кептіру шкафына термометр бекітілуге тиіс.

5.5 (65 ± 5) °C температуралы ұстаяуға жарамды су моншасы.

5.6 ИСО 3889 сәйкес майды шайғындауға арналған Можонье типті құтылар.

ЕСКЕРТПЕ Сондай-ак бетелкелері жуылатын сифон немесе фитингісі болатын майды шайғындауға арналған тұтікшелер қолданылуы ықтимал, бірақ процедура ерекшеленетін болады. Балама процедура Б косымшасында қарастырылған.

Майды шайғындауға арналған құтылар сапасы жоғары тығынмен немесе қолданылатын реагенттерге әсер етпейтін басқа материалдан жасалған тығындармен жабдықталуға тиіс (мысалы, силикон каучук немесе политетрафортилен). Тығындар диэтил эфири (4.5) қолданылып алынуға, 60

°С немесе одан артық температурада 15 минуттан кем болмай сақталуға және содан соң олар пайдаланған кезде қанығуы үшін салқын сұға салынуы керек.

5.7 Майды (немесе тұтікшелерді) шайғындауға арналған құтыларды ұстап тұруға арналған таган (5.6 т.).

5.8 Арапастырылған еріткішті қолдану үшін қажетті шаю бөтелкесі (4.7 т.).

Пластмасса шаю бөтелкелері колданылмауга тиіс.

5.9 Сыйымдылығы 125 см³ және 250 см³ май жинауға арналған ыдыстар, мысалы, айдау құтылары (түбі жалпақ), 250 см³ конус тәрізді құтылар немесе металл табақшалар.

Егер металл табақшалар пайдаланылатын болса, онда олар түбі жалпақ, диаметрі 80 бастап 100 мм дейін және биіктігі шамамен 50 мм тот баспайтын болаттан жасалуы керек.

5.10 Қеуекті емес көрлен немесе кремний карбидінен жасалған, май болмайтын қайнау процесіне арналған қосалқы құралдар (қосымша, металл табақшалар пайдаланылатын кезде).

5.11 Қарастырылатын сынақ үшін қолданылатын, ГОСТ 1770 бойынша 1-дәлдік класының сыйымдылығы 5 см³ және 25 см³, бір таңбалы өлшеу цилиндрі.

5.12 ГОСТ 29169 бойынша сыйымдылығы 10 см³ өлшемделген тамшырлар, 1-клас.

5.13 Құты, тостағандар немесе табақшаларды ұстап тұруға арналған металл қысыштар.

5.14 ГОСТ 1770 бойынша сыйымдылығы 100 см³, бір таңбалы өлшеу құтылары, 1-клас.

5.15 Қолданылатын өлиеу құралдары Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету тізіміне ҚР СТ 2.21 сәйкес олардың тиитерін бекіту немесе оларды ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттау нәтижелері бойынша енгізілуге және ҚР СТ 2.4 сәйкес тексерілуге тиіс. Сынақ жабдығы ҚР СТ 2.75 сәйкес аттестаттауы қажет.

6 Сынамаларды іріктеу

Сүт және сүт өнімдерінің сынамаларын іріктеу және оларды талдауға дайындау – ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809 бойынша. Сынамалар іріктеудің ұсынылатын әдісі [1] қарастырылған.

Зертханалық үлгілерді 2 °С бастап 6 °С дейінгі температурада үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедураны бастау уақытына дейін сақтау керек.

7 Сынак үлгісін дайындау

Сынак үлгісін мұқият араластыру керек. Егер қажет болса, ішіндегі сынак үлгісін бәрін көлемі шамамен осы процедураны орындауға арналған сынак үлгісінен екі есе үлкен ауа өткізбейтін жұксауытқа салу керек.

8 Өткізу тәртібі

ЕСКЕРТПЕ 1 Егер қайталану шегінің сәйкестігін тексеру қажет болса, онда екі бөлек анықтауды 8.1 - 8.4 сәйкес орындау керек.

ЕСКЕРТПЕ 2 Бөтөлкелері жуылатын сифон немесе фитинглері болатын майды шайғындауға арналған тұтқышеге колданылатын балама процедура Б косымшасында берілген.

8.1 Үлгінің жұмыстық бөлігі

Сынак үлгісін абайлап араластыру қажет. Төменде берілген үлгінің жұмыстық бөлігінің біреуін майды шайғындауға арналған құтыда (5.6 караныз) 1 мг дейінгі дәлдікпен бірден өлшеу қажет:

- май, құрғақ табиғи сүт немесе сарысудың жоғары құрамы болатын шамамен 1,000 г құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г қаймағы алынған құрғақ сүт;
- шамамен 1,500 г құрғақ сарысу;
- шамамен 1,500 г құрғақ іркіт.

Үлгінің жұмыстық бөлігін мүмкіндігінше майды шайғындауға арналған құтының төменгі бөлігіне толық салу керек.

8.2 Бақылау сынактары

8.2.1 Әдіске арналған бақылау сынактары

Бақылау сынагын осындаі реактивтер мен процедураларды қолдана отырып, бірақ 8.4.1 үлгінің ыдырағыш жұмыстық бөліктерін 10 см³ сұға (А.2 караныз) ауыстыра отырып, анықтаумен бір мезгілде орындау керек.

Жеке үлгілердің дәл осындаі жағдайы болмайтын сынак үлгілерінің тобынан бастапкы бір үлгі пайдаланылған кезде, нәтижені есептеу кезінде қолданылатын бақылау сынагының мәнін алуға арналған процедураның жеке сынак үлгісіне сәйкес келуін қамтамасыз ету қажет.

Егер бақылау сынагында алынған мәні 1,0 мг үнемі асатын болса, егер бұл жақын арада іске асырылған болса, реактивтерді тексеру қажет (8.2.2 караныз). 2,5 мг артық түзетулер сынак хаттамасында көрсетілуге тиіс.

8.2.2 Реактивтерге арналған бақылау сынагы

Реактивтер сапасын тексеру үшін, массаны бақылау үшін тағайындалатын 8.3 берілген бақылау сынагын орындау керек. Реактивтерде 1,0 мг асатын тұнба құрамы болмауға тиіс (А.1 тармағын қараныз).

Егер реактивтің аяқталған бақылау сынагының тұнбасы 1,0 мг артық болып құралса, 100 см³ диэтил эфирін (4.5 караныз) және петройлейн эфирін

(4.6 қаралыз) жеке айдауда еріткіштер тұнбасын анықтау қажет. 1,0 мг аспауға тиіс тұнбаның нақты массасын алу үшін бақылап тағайындалып дайындалған май жинауға арналған бос ыдысты пайдалану керек .

Кейбір жағдайларда, еріткіштердің майда нығыздалып қалатын үшпа заттары болуы мүмкін. Егер олар осындай заттардың болуының көрсеткіштері болып табылса, барлық реактивтерге және әрбір еріткіш үшін 1,0 г сусыз сүт майын жинауға арналған ыдысты қолдана отырып бақылау сынақтарын орындау қажет. Егер қажет болса, 100 см³ еріткіште 1 г сусыз сүт майы болған кезде қайта айдалған еріткіштер. Еріткіштерді қайта айдаудан кейін бірден пайдалану қажет.

Сәйкес келмейтін реактивтер мен еріткіштерді ауыстыру немесе еріткіштерді айдауды қайта еткізу керек.

8.3 Май жинауға арналған ыдысты әзірлеу

Май жинауға арналған ыдысты (5.9 қараныз) 102 °С температурада кептіру шкафында 1 сағат қайнау процесіне арналған бірнеше қосалқы куралдармен (5.10 қараныз) кептіру қажет.

ЕСКЕРТПЕ Қайна процесіне арналған қосалқы құралдар еріткіштерді кезекті ұсқату үақытында қалыпты қайнауға көмектеседі, әсіресе, май жинауға арналған шыны ыдыстар қолданған кезде; оларды қолдану металл табақшаларға қосымша болып табылады.

Май жинауға арналған ыдысты шаң түспес үшін жауып, 18°C бастап 23°C дейінгі температурада салқындастып қояды (май жинауға арналған шыны ыдысты 1 сағаттан кем етпей, металл табақшаларды – 30 минуттан кем етпей салқындаатады).

Ұзақ кезеңде толық салқындау немесе шамадан тыс салқындауды болдырмас үшін, май жинауға арналған ыдыс кептіру пешінде болуға тиіс.

Май жинауға арналған ыдысты таразыға қою үшін қысқыштарды пайдалану керек (5.13 қаралып). Май жинауға арналған ыдысты 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшеу кажет.

8.4 Анықтау

8.4.1 Анықтауды кідіртпей іске асыру керек. (65 ± 5) °C температурада алдын ала жылтырылған 10 см³ суды 10 см³ көлем алу үшін май шайғындаға арналған құтыдағы (8.1 қаралып) үлгінің жұмыстық бөлігіне қосу керек. Май шайғындаға арналған құтының кішкене бөлшегінде үлгінің жұмыстық бөлігін шаюға арналған суды пайдалану қажет. Үлгінің жұмыстық бөлігін жұмыстық бөлік шашырамайтын болғанша мүкіят арапастыру қажет.

8.4.2 Үлгінің жұмыстық бөлігіне (8.4.1) немесе барынша қоюлатылған мүсәтір спиртінің балама көлеміне (4.1 т. ескертпесін қараныз) 2 см^3 мүсәтір спиртін (4.1 қараныз) қосу керек. Май шайғындауға арналған күтының кішкене бөлшегінде үлгінің жұмыстық бөлігін мұқият араластыру керек.

8.4.3 Су моншасында абайлап шайқай отырып, 15 бастап 20 минутка дейін құтыны (65 ± 5) °C дейін қыздыру керек. Ағынды суда 18 °C бастап 23 °C дейінгі температурада сұыту қажет.

8.4.4 10 см³ этанол (4.2 қараныз) косу керек. Май шайғындауға арналған құтының ішіндегісінің ұлкен және кіші бөлік арасында артқа және алған акпауы үшін, акырын, бірақ мұкият араластыру қажет. Ішіндегісінің құтының мойнына жақындаудың болдырмаса керек. Қызыл конгоның 2 тамшысын косуға болады (5.3 қараныз).

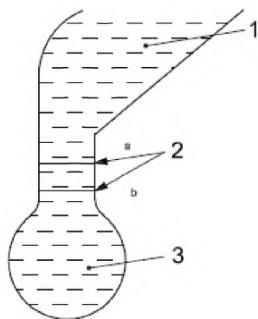
8.4.5 25 см³ диэтил спиртін (4.4 қараныз) косу керек. Май шағындауға арналған құтыны суға қаныққан тығынмен немесе суға батырылған басқа материалдардан жасалған тығынмен жабады (5.6 қараныз). Құтыны 1 минуттай тұракты кіреуkenін түзілуін болдырмас үшін шайқау керек.

8.4.6 5 см³ петройлейн эфирін косу керек (4.5 қараныз). Май шайғындауға арналған құтыны суға батырылған тығынмен жабады. 8.4.4 қарастырылғандай, 30 с жуық абайлап араластыру керек. 8.4.5 белгіленгендей етіп шайқауды жалғастырады.

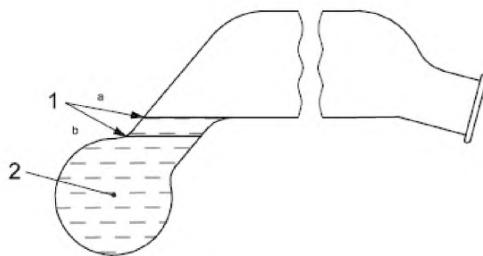
8.4.7 Май шайғындауға арналған жабық құтыны 1 минуттан бастап 5 минутка дейін 80 м/с² бастап 90 м/с² дейін радиалды үдегіде үйірткілеу қажет. Егер үйірткілеуге (5.2 қараныз) рұқсат етілмесе, құтыны тағанда (5.7 қараныз) қалқып шығатын қабаты анық болғанша және су қабатынан көрініп белгіленгенде 30 минутқа қойып қою қажет. Егер қажет болса, құтыны ағынды суда 18 °C бастап 23 °C дейінгі температураға дейін салқындау керек.

8.4.8 Құтыны абайлап шығарып алып, оны және май шайғындауға арналған құтының мойнын шамалы араластырылған еріткішпен жуу керек (4.6 қараныз). Жуу ағынның құтыға кетуі үшін шаюға арналған бөтөлкені пайдалану керек. Егер бөлу шекарасы құты өзегінен төмен болса, оны оны құты қабырғасында қосылған судың деңгейін көтере отырып (1-суретті қараныз), еріткіштің ағуын оңайлата отырып шамалы көтеру керек.

8.4.9 Май шайғындауға арналған құтыны шар тәрізді кішкентай бөлшекпен ұстай керек және қайнауға арналған ыдыста немесе конус тәрізді құтыда (қосымша металл шыныаяқпен) қайнату процесіне арналған бірнеше қосалқы заттар (5.10 қараныз) болатын май жинау үшін дайындалған ыдысқа (8.3 қараныз) қалқып шығатын бетін барынша көп толық құю керек. Су қабатының құйылуын болдырмаса керек (2-суретті қарастырылғандау керек).



1 – еріткіш,
2 – бөлік беті,
3 – су қабаты,
^a - екінші және үшінші шайғындау кезінде,
^b - бірінші және екінші шайғындау кезінде



1 – бөліктің беті,
2 – су қабаты,
^a - екінші және үшінші шайғындау кезінде,
^b - бірінші және екінші шайғындау кезінде

1-сурет – Құйғанға дейін

2-сурет – Құйғаннан кейін

8.4.10 Май шайғындауға арналған құты мойнының сыртқы бөлігін араласқан еріткіштің шамалы мөлшерімен шаю керек (4.6 қараныз). Пайдаланылған араластырылған еріткішті шайғаннан кейін май шайғындауға арналған ыдыска жинау керек. Араласқан еріткіш май шайғындауға арналған құтының сыртына акпауы керек. Еріткіш немесе оның бөлігін май жинауға арналған ыдыстан 8.4.14 белгіленгендей, айдаң немесе буласп кетіруге болады.

8.4.11 5 см³ этанолды (4.2 қараныз) май шайғындауға арналған құтының ішіндегісіне косу қажет. Этанолды қолдана отырып, құты мойнының ішкі бөлігін шаяды және 8.4.4 белгіленгендей араластырады.

8.4.12 Екінші шайғындауды 8.4.5-8.4.9 т.т. қарастырылғандай жүйелілікпен орындау керек. 25 см³ орнына 15 см³ диэтил эфирін (4.4 қараныз) және 15 см³ петройлейн эфирін (4.5 қараныз) ғана пайдалану қажет. Диэтил спиртін қолдану арқылы май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі қабырғасын шаяды.

Қажет болған кезде бөліктің бетін құтының қабырғасы бойынша суды абайлап қоса отырып (1-суретті қараныз), оның құйылып бітуіне мүмкіндік бере отырып, еріткіштің ағуын оңайлатып, құты өзегінің ортасына дейін шамалы көтерген дұрыс (2-суретті қараныз).

8.4.13 8.4.5 - 8.4.9 т.т. қарастырылған процестерді қайталап, үшінші шайғындауды этанол қоспай орындау қажет. 15 см³ диэтил эфирін (4.5

қараныз) және 15 см³ петройлейн эфирін (4.6 қараныз) ғана пайдалану керек. Диэтил спиртін қолдану арқылы май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі қабырғасын шаядь.

Қажет болған кезде бөліктің бетін құтының қабырғасы бойынша суды абайлап қоса отырып (1-суретті қараныз), оның құйылып бітуіне мүмкіндік бере отырып, еріткіштің ағуын оңайлатып, құты өзегінің ортасына дейін шамалы көтерген дұрыс (2-суретті қараныз).

ЕСКЕРТПЕ Ушінші шайғындау майдың массалық үлесі 5 %-дан кем болатын енімдер үшін өткізуі мүмкін.

8.4.14 Еріткіштерді (этанолды қоса алғанда) айдау немесе конус тәрізді құтыны қолдана отырып айдау кезінде немесе зертханалық тостаған немесе шыныаяқты (5.3 қараныз) қолдана отырып булау кезінде май жинауга арналған ыдыстар мүмкіндігінше толығымен жоюға болады. Айдау немесе конус тәрізді құты мойнының ішкі бөлігін айдауды бастағанша, араластырылған ерітіндімен (4.5 қараныз) шаю қажет.

8.4.15 Май жинауга арналған ыдысты оның бүйірінде орнатылған айдау немесе конус тәрізді құты арқылы қыздыру керек, еріткішке 102 °C температурада орнатылған кептіру шкафында (5.4 қараныз) бір сағат ішінде будан босатуға мүмкіндік жасау керек. Май жинауга арналған ыдысты алып, майдың бұлдыр немесе мөлдір екенін бірден тексеру қажет. Егер май бұлдыр болса, онда қосылатын майлар заттың болатыны болжанады да барлық процедура қайта орындалуға тиіс. Егер май мөлдір болса, май жинауга арналған ыдысты шаң түспес үшін жауып, 18 °C бастап 23 °C температурага дейін салқындастып (кептіру шкафында болмағаны дұрыс) қою керек (май жинауга арналған шыны ыдыс 1 сағат, металл шыныаяқ 30 минут).

Май жинауга арналған ыдысты өлшеу алдында тікелей сұртпен керек. Май жинауга арналған ыдысты таразыға ауыстыру үшін қысқыштарды пайдаланған дұрыс (5.13 қараныз). Май жинауга арналған ыдысты 1,0 мг дейінгі дәлдікпен өлшеу керек.

8.4.16 Май жинауга арналған ыдысты айдау немесе конус тәрізді құты арқылы 102 °C температурада белгіленген 30 минутта кептіру шкафында (5.4 қараныз) еріткіштің будан босауына мүмкіндік бере отырып қыздыру қажет.

8.4.15 белгіленгендегі сұтынып өлшеу керек. Қажет болған кезде, май жинауга арналған ыдыстың массасы кезекті екі өлшеу арасында 1,0 мг азайғанша не кемігенді немесе артқанша қыздыру және өлшеу процесін қайталау керек. Минималды массаны май жинауга арналған ыдыстың және шайғындау затының массасы ретінде тіркеу керек.

9 Нәтижелерді өндөу

9.1 Есептеу

Пайыздық массалық үлес ретінде өрнектелген май құрамын w_f , (1) формула бойынша есептеу кажет:

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

мұндағы m_0 - үлгінің жұмыстық бөлігінің массасы (8.1), г;

m_1 - 8.4.16 белгіленген май жинауға және шайғындау затына арналған ыдыс массасы, г;

m_2 - май жинау үшін дайындалған ыдыс массасы (8.3), г;

m_3 - 8.4.16 белгіленген шайғындау затына және бақылау сынағы үшін пайдаланылатын май жинауға арналған ыдыс (9.2) массасы, г;

m_4 - бақылау сынағында пайдаланылатын май жинауға арналған ыдыс (8.3) массасы (8.2), г.

9.2 Нәтижелерді өрнектеу

Нәтижені екі ондық белгіге дейін дөнгелектеу керек.

10 Дәлдік

10.1 Зертханааралық сынақ

Зертханааралық сынақ бөлшектері ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6 талаптарына сәйкес. Қайталанғыштық және өндірімділік шектеулеріне арналған мәндер ықтимал 95 % деңгей үшін өрнектелген және ұсынылғандардан басқа концентрациялар мен матрицалар аралығында қолданыла алмайды.

10.2 Қайталанғыштық

Қысқа уақыт аралығында бір жабдықты пайдалану кезінде бір зертханашының бір зертханада бірдей сынақ материалында бірдей әдіс арқылы алған бірынғай тәуелсіз екі сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмасы 5 %-дан артық болмайтын жағдайда асатын болады:

а) май құрамы жоғары құрғақ сүт үшін және құрғақ табиги сүт үшін 0,20 %;

б) қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт үшін 0,15 %;

в) қаймағы алынған құрғақ сүт және құрғақ сарысу үшін 0,15 %.

10.3 Өндірімділік

Түрлі жабдықты пайдалану кезінде түрлі зертханашының түрлі зертханаларда бірдей сыналатын материалда бірдей сынақ материалында бірдей әдіс арқылы алған бірынғай тәуелсіз екі сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмасы 5 %-дан артық болмайтын жағдайда асатын болады:

- а) май құрамы жоғары құрғақ сүт үшін және құрғақ табиғи сүт үшін 0,30 %;
- б) қаймағы жартылай алынған құрғақ сүт үшін 0,25 %;
- в) қаймағы алынған құрғақ сүт және құрғақ сарысу үшін 0,20 %.

11 Бақылау нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мынадай ақпарат қамтылуы керек:

- а) үлгіні түпкілікті идентификациялау үшін қажетті барлық ақпарат;
- б) егер белгілі болса, үлгілерді іріктеудің қолданылатын әдісі;
- в) осы стандартқа жасалатын сілтемемен қолданылатын сынақ әдісі;
- г) осы стандартта белгіленбекен немесе нәтижелерге әсер етуі мүмкін кез келген жағдай мәнісімен бірге қосымша болып саналатын барлық оперативті бөлшектер;
- д) егер әдіске арналған бақылау сынағында 2,5 мг артық мән алынған болса, жасалған түзетулер;
- е) сынақ нәтижелері.

А қосымшасы
(*міндетті*)

Процедураларға жасалатын ескертпелер

А.1 Реактивтерді тексеруге арналған бақылау сынағы (8.2.2 қараныз)

Осы бақылау сынағында май жинауга арналған ыдыс май жинауга арналған ыдыстың температурасын өлшеу немесе етү үшін бөлменің атмосфералық жағдайында өзгертудің реактивтер шайғынында ұшпайтын заттың болуын немесе болмауын дұрыс көрсетпеу үшін қолданылады. Осы май жинауга арналған ыдыс екі табақшалы таралыны қолданған жағдайда салмакка қарсы ыдыс ретінде қолданыла алады. Басқаша бақылауға арналған май жинау ыдысынын массасының ауыткыу (9.1 $m_4 - m_3$), егер бақылау сынағы үшін қолданылатын май жинауга арналған ыдыс массасы тексерілетін болса қарастырылуға тиіс. Демек, бақылауға арналған май жинау ыдысының біріктірілген масса бойынша өзгерісі массаның 1,0 мг артық артуын көрсетпеуге тиіс.

Еріткіштерде май құрамында берік сакталатын ұшпа заттар құрамының болуы ете сирек. Егер олар осындағы заттардың болу көрсеткіштері болып табылатын болса, онда 1 г сусыз сүт майы болатын май жинауга арналған ыдысты қолдана отырып, барлық реактивтерге және әрбір еріткіш бойынша бақылау сынағын орындау қажет. Тарап бойынша, 100 см³ еріткіште 1 г сусыз сүт майы болған кезде қайта айдауға түсіру керек. Еріткіштерді екінші рет айдаудан кейін тез пайдалану қажет.

А.2 Анықтаумен бірге бір мезгілде орындалған бақылау сынағы (8.2.1 қараныз)

Бақылау сынағында анықтаумен бір мезгілде орындалып алынған мән улгінің жұмыстық бөлігінен шайғындалған заттың біріктірілген массасын ($m_1 - m_2$) бойынша реактивтерден шығатын қандай да бір ұшпа зат болған кезде, сондай-ақ өлшеуге арналған бөлмеде атмосфералық жағдайдың қандай да бір өзгерісі және май жинауга арналған ыдыс пен екі өлшеу (8.4.16 және 8.3) арасында жүргізілетін өлшеуге арналған бөлменің арасындағы температураның кейбір айырмасы кезінде түзетуге мүмкіндік береді (.

Мән қолайлы жағдайда (реактивтерде бақылау сынағындағы тәмен мән, өлшеуге арналған бөлменің тұрақты температурасы, май жинауга арналған ыдысты тиісті салқыннату уақыты) әдетте 1,0 мг карағанда кем көрсететін болады және содан соң әдеттегі өлшеу кезінде қателік жіберуі мүмкін. Сондай-ақ 2,5 мг дейінгі артық мардымсыз мәндер (оң және теріс) жиі кездеседі. Осы мәндерді түзеткеннен кейін нәтижелер дәл болады. 2,5 артық түзетулер сынақ хаттамасында берілуге тиіс (11-бөлім).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәндер 1,0 мг асатын болса, онда реактивтерді тексеру қажет, егер бұл соңғы уақытта жасалмаған болса.

Қандай да бір бүлінген реактивтер немесе пайдаланылған реактивтер ауыстырылуға немесе өндөлуге тиіс (8.2.2 және А.1 тармағын қараныз).

А.3 Тотығуын сынау

Тотығуын сынау үшін алдын ала эфирмен шайылған тығыз қиуоластырылған тығыны болатын кішкентай цилиндрдегі 10 см³ диэтил эфиріне (4.5) дайындалған 100 г/дм³ калий иодиді ерітіндісінің 1 см³ қосу керек. Цилиндрді шайқап, 1 минут қойып қою керек. Диэтил спиртінің жұқа қабатында сары түс болмауы керек.

Тотығуын сынаудың басқа тәсілдері пайдаланылуы мүмкін.

Диэтил спиртінің бос екендігіне кепілдік беру үшін, диэтил эфирін, кем дегенде, төменде берілген әдіс бойынша қолданғанға дейін үш күн өндөу қажет.

Мырыш жұқалтырыды шамамен 8000 мм² және диэтил эфирінің литріне пайдалана отырып, диэтил эфирі құйылған бөтелкенің жарты айналымын қамтитындағы жолақтармен кесу керек.

Қолданғанға дейін, жұқалтырдан жасалған жолақтарды литріне 10 г мыс сульфатының (II) пентагидраты (CuSO₄·5H₂O) және 2 см³ концентрирленген күкірт кышқылы (массалық үлесі 98 %) болатын ерітіндіге 1 минутқа толық батыру қажет. Мыс жағылған ылғалды жолақтарды толық сумен абайладап шайып, ішіне диэтил спирті құйылған бөтелкеге салып, жолақтарды бөтелкеде қалдыру керек.

Олардың анықтау нәтижесіне әсер етпейтініне кепілдік беретін басқа әдістер пайдаланылуы мүмкін.

А.4 Антиоксиданттар болатын диэтил эфирі

Бір килограмында 1 мг антиоксидант болатын диэтил эфирі май құрамын анықтау кезінде ерекшелігімен кейбір елдерде рұқсат етілген болып табылады. Осы құрамы оның эталондық тағайындалым үшін қолданылуын болдырмайды.

Басқа елдерде антиоксидант құрамы жоғары болатын диэтил эфиріне 7 мг/кг дейін рұқсат етілетін болы табылады. Мұндай эфир антиоксиданттың тұнба нәтижесінде жүйелік кателерді түзетуге арналған анықтаумен бір мезгілде орындалған міндетті бакылау сынағының әдеттегі анықтаулары үшін ғана қолданылуға тиіс. Этalonдық тағайындалым үшін, мұндай диэтил эфирі қашанда пайдалануға дейін айдалуға тиіс.

А.5 Этанол

Метанол қосқан кездегіге қарағанда, өзгеше тәсілмен жарамсызданатын этанол денатурантың анықтау нәтижелеріне әсер етпейтініне кепілдік берілгенде қолданыла алады.

Б қосымшасы
(*ақпараттық*)

Бөтөлкөні жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындау үшін түтікшелер қолданылатын балама процедура

Б.1 Жалпы қолданыс

Егер бөтөлкөні жуатын сифон немесе фитингілері болатын майды шайғындауға арналған түтікшелер қолданылатын болса, онда осы қосымшада белгіленген процедураны пайдалану қажет. Түтікшелер тығындармен немесе 5.6 құтылар үшін қарастырылғандай сапасы жақсы тығындармен жабдықталуы керек (ұлті ретінде Б.1 суретін қараңыз).

Б.2 Процедура

Б.2.1 Сынақ үлгісін дайындау

7-бөлімді қараңыз.

Б.2.2 Үлгінің жұмыстық бөлігі

8.1 белгіленгендей жалғастыру керек, бірақ май шайғындауға арналған түтікшелерді пайдаланып (5.6 ескертпені және Б.1 суретін қараңыз).

Үлгінің жұмыстық бөлігін май шайғындауға арналған түтікшенің мүмкіндігінше тәменгі бөлігіне дейін орналастыру керек.

Б.2.3 Бакылау сынағы

8.2 және А.2 тармағын қараңыз.

Б.2.4 Май жинауға арналған ыдысты дайындау

8.3 қарастырылу керек.

Б.2.5 Анықтау

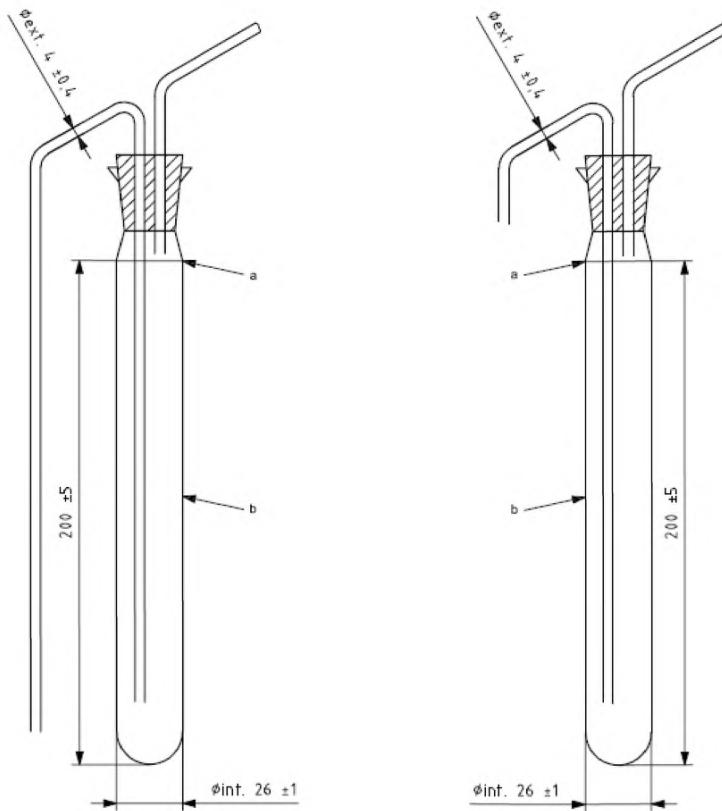
Б.2.5.1 Анықтауды кідіріссіз іске асыру керек.

(65 ± 5) °C температураға дейін жылтырылған 10 см³ суды май шайғындауға арналған түтікшедегі (Б.2.2) үлгінің жұмыстық бөлігіне күбірдың тәменгі бөлігіндегі үлгінің жұмыстық бөлігін шаю үшін қосу қажет. Әбден араластыру керек.

Б.2.5.2 2 см³ мұсәтір спиртін (4.2) шайғындауға арналған түтікшедегі (Б.2.1) үлгінің жұмыстық бөлігіне немесе мұсәтір спиртінің барынша қойытылған ерітіндісінің балама мөлшеріне косу керек (4.2 арналған ескертпені қараңыз). Май шайғындауға арналған түтікшенің тәменгі бөлігіндегі алдын ала өндөлген үлгі бөлігімен мұқият араластыру қажет.

Б.2.5.3 Түтікшені су моншасында (5.5) 15 бастап 20 минутқа дейін араластыру отырып (65 ± 5) °C температураға дейін қыздыру керек. 18 °C бастап 23 °C температураға дейін ағынды суда суыту қажет.

Б.2.5.4 Этанол (4.3) косу керек. Абайлап араластыру керек, бірақ май шайғындауға арналған түтікшенің тәменгі бөлігінде сапыра отырып. Қалауынша қызыл конго ерітіндісінің 2 тамшысын косуға болады (4.3).



а) сифонды фитингпен

б) бөтелкені жуатын фитингісімен

^a - фитингілері алғынған осы деңгейге дейінгі сыйымдылығы $(105 \pm 5) \text{ см}^3$.

^b - қабырғаның калындығы $(1,5 \pm 0,5) \text{ мм}$.

Б.1 суреті

Б.2.5.5 25 см³ диэтил эфирін (4.5) косу керек. Суға батырылған басқа материалдан жасалған тығынмен немесе суға канықтырылған қыртысты тығынмен май шайғындауға арналған тұтікшені жабу керек (5.6). тұтікшени қатты сілкү керек, бірақ берік кіреуkenің түзілуін болдырmas үшін, 1 минутта қайталанатын қарсы айналдыратын ынтамен жасамау керек. Тұтікшени

қажетінше ағынды суда сұыту керек. Тығынды толық алып, оны және аралас ерітіндісі болатын тұтікше мойнын шаю қажет (4.7). тұтікше ішін шаю үшін шаю бөтелкесін (5.8) пайдалану қажет.

Б.2.5.6 25 см³ петройлейн эфирін (4.6) қосады. Суга батырылған тығынмен май шайғындауға арналған тұтікшени жабады. Тұтікшени Б.2.5.5 сипатталған сияқты 30 секунд абайлап сілкү керек.

Б.2.5.7 Майды шайғындауға арналған жабық тұтікшени 1 бастап 5 минутқа дейін 80 бастап 90 м/с² дейін радиалды үдетуде үйірткілеу керек. Егер үйірткіге рұқсат етілмесе (5.2), құтыны тағанда (5.7) қалқып шығатын қабат айқын болғанша және су қабатынан елеулі түрде бөлінгенше 30 минутқа қалдыру қажет. Егер қажет болса, құтыны ағынды суда 18 °С бастап 23 °С температураға дейін салқындану керек.

Б.2.5.8 Тығынды абайлап алып, оны және май шайғындауға арналған құты мойнының ішкі бөлігін шамалы араласқан ерітіндімен шаю керек (4.6). шаю ағыны құтыға бағытталу үшін шаюға арналған бөтелкені пайдалану қажет.

Б.2.5.9 Сифонды фитинг немесе бөтелке жуатын фитингіні май шайғындауға арналған тұтікке салу керек. Фитингінің ішкі ұзын межебалдағын кіріс тесігі қабаттар арасындағы бөлік бетінен шамамен 4 мм болғанша итереді. Фитингінің ішкі межебалдағы май шайғындауға арналған тұтікше осіне параллель болуы керек.

Қылқып шығатын қабатты май шайғындауға арналған тұтікшеден айдау және конус тәрізді құтыларға (косымша металл табақшалармен) қатысты кайнау процесіне арналған бірнеше қосалқы заттары (5.10) болатын май жинауға арналған ыдыска (8.3 қарau керек) толық ауыстыру керек. Су қабатының төгіліуін болдырмау керек. Фитингінің кіріс тесігін май жинауға арналған ыдыска жиналған шамалы араласқан ерітіндімен шаю қажет.

ЕСКЕРТПЕ Қалқып шығатын қабат, мысалы, қысыммен қосылып қыска өзекке бекітілген резене үрімше пайдаланылып, май шайғындауға арналған тұтікшеден ауыстырылуы мүмкін.

Б.2.5.10 Фитингіні май шайғындауға арналған тұтікше мойнынан қайта босату керек. Фитингіні аздал көтеріп, оның ішкі ұзын межебалдағының тәменгі бөлігін араласқан еріткішпен шаю қажет (4.7). фитингіні түсіріп қайта койып, май жинауға арналған ыдыска шаюға құю керек.

Май жинауға арналған ыдыска шаюға жинай отырып, араласқан ерітіндімен фитингінін етегін жерін шаяды. Қалауынша еріткіш немесе оның белілтерін май жинауға арналған ыдыстан 8.4.14 белгіленгендей, айдау немесе булау арқылы жою керек.

Б.2.5.11 Фитингінің мойнын қайтадан босату керек. Фитингіні аздал көтеріп, майды шайғындауға арналған тұтікше ішіндегісіне 5 см³ этанол қосу керек. Б.2.5.4 сипатталатындағы етіп араластырады.

Б.2.5.12 Екінші шайғындауды Б.2.5.5 - Б.2.5.10 қарастырылған процестерді қайталап орындауды. 25 см³ орнына 15 см³ диэтил эфирі (4.5) мен 15 см³ петройлейн эфирін (4.6) ғана пайдалану керек. Диэтил эфирін қолдану арқылы алдыңғы шайғындаудан кейін май шайғындауга арналған тұтікшеден фитингінің жылжыту уақытында фитингінің ішкі ұзын межебалдағын шаю қажет.

Б.2.5.3 Үшінші шайғындауды этанол қоспай, Б.2.5.5 - Б.2.5.10 қарастырылғандарды қайталап орындау керек. Тағы да 15 см³ диэтил эфирі (4.5) мен 15 см³ петройлейн эфирін (4.6) ғана пайдалану керек. Диэтил эфирін қолдану арқылы фитингінің ішкі ұзын межебалдағын Б.2.5.12 сипатталғандай етіп шаю керек.

ЕСКЕРТПЕ Үшінші шайғындау майдың массалық үлесі 5 %-дан кем болатын өнімдер үшін өткізілуі мүмкін.

Б.2.5.4 Процесті 8.4.14 – 8.4.16 белгіленгендей етіп жалғастырады.

Библиография

[1] ISO 707:2008 Milk and milk products - Guidance on sampling (Сүт және сүт өнімдері – Сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ӘОЖ 637.143.2:637.041:543.557:006.354(574) МСЖ5.060

Түйінді сөздер: майдың құрамы, гравиметриялық әдіс, принцип, реактивтер, процедура, аспаптар, сынақ үлгісі



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко сухое и сухие молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Гравиметрический метод (Контрольный метод)

СТ РК ИСО 1736-2009

ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content - gravimetric method (reference method), IDT

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт-Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен к международному стандарту ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products - determination of fat content – gravimetric method (reference method) (Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании».

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2014 год
5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячно информационных указателях «Государственный стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликовано в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Принцип	3
4	Реактивы	3
5	Приборы	4
6	Отбор проб	6
7	Приготовление испытательного образца	6
8	Порядок проведения	6
9	Обработка результатов	11
10	Точность	11
11	Оформление результатов контроля	12
	Приложение А (обязательное) Примечания к процедурам	13
	Приложение Б (информационное) Альтернативная	
	процедура с применением трубочки для экстракции жира с	
	сифоном или фитингами омывающие бутылку	15
	Библиография	19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко сухое и сухие молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Гравиметрический метод (Контрольный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и сухие молочные продукты и устанавливает гравиметрический (контрольный метод) определения массовой доли жира. Метод также применим для сухого молока с массовой долей жира 40 % или более, сухого снятого молока, сухой сыворотки, сухой пахты и сухой сыворотки после сбивания масла.

Метод не распространяется на сухое молоко, содержащее твердые комки, которые не растворяются в нашатырном спирте или свободных жирных кислотах.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира в сухом молоке, содержащем твердые комки определяется методом Вейбула-Бернтропа в соответствии с СТ РК ИСО 8262-3.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Проверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации.

Издание официальное

СТ РК ИСО 1736-2009

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

СТ РК ИСО 8262-3-2009 Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 3. Специальные случаи.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензуры, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию.

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

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу.

ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетка с одной отметкой.

*ИСО 3889:2006 Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Колбы типа Можонье для экстракции жира.**

** Применять в соответствии с СТ РК 1.9.*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положения, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Аммиачный спиртовой раствор рабочей части образца экстрагируется с добавлением диэтилового и петролейного эфира. Растворители удаляются дистилляцией или выпариванием. Определяется масса экстрагированного вещества.

ПРИМЕЧАНИЕ Оно обычно известно как принцип по Роуз-Готлибу.

4 Реактивы

4.1 Применять только реагенты, признанной аналитической чистоты, если не указан иной способ действий, дистиллированная и деминерализованная вода или вода эквивалентной чистоты.

Реагенты должны быть без ощутимых осадков при выполнении определения установленным методом (см. 8.2.2).

4.2 Нашатырный спирт, содержащий массовую долю NH_3 , приблизительно 25 % ($\rho_{20} = 910 \text{ г/дм}^3$).

ПРИМЕЧАНИЕ Если нашатырный спирт данной концентрации не доступен, то могут применяться более концентрированный раствор известной концентрации (смотреть 10.4.2).

4.3 Этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола, по крайней мере, 94 %. (См. подпункт А.5).

4.4 Раствор конго красного

Растворить 1 г конго красного ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) в воде в 100 см^3 мерной колбе с одной меткой (5.14). Наполнить до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается применение данного раствора, позволяет видеть отчетливо поверхность между растворителем и водным слоем (смотреть 8.4.4). Другие водные индикаторные растворы могут применяться при условии, что они не воздействуют на результат определения.

4.5 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$), без перекиси (См. подпункт А.3), содержащий не более чем 2 мг/кг антиоксидантов, и соблюдаемый требованиями для контрольного испытания (смотреть 8.2.2, подпункт А.1 и А.4).

ПРИМЕЧАНИЕ Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Наблюдать за текущими мерами безопасности для обращения, применения и контроля.

4.6 Петройлейный эфир, с интервалом кипения при температуре от 30 °C до 60 °C или, как эквивалентен, пентан ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) с точкой кипения при температуре 36 °C и соблюдаемый требованиями для контрольного испытания (см. 8.2.2, подпункт А.1 и А.4).

Использование пентана рекомендуется из-за его высокой степени чистоты и однородного качества.

4.7 Смешанный растворитель

Незадолго до применения, смешать в равных объемах диэтиловый эфир (4.5) и петройлейный эфир (4.6).

5 Приборы

ПРИМЕЧАНИЕ Так как определение включает применение летучих легковоспламеняющихся растворителей, то применение всех электрических приборов должно соблюдаться нормами относительно опасных факторов в использовании таких растворителей.

5.1 Аналитический весы, со способностью взвешивания с точностью 1 мг с возможностью считывания до 0,1 мг по ГОСТ 24104.

5.2 Центрифуга, способная удерживать колбы и трубочки для экстракции жира (5.6) и частотой вращения от 500 $мин^{-1}$ до 600 $мин^{-1}$ при выработке радиального ускорения от 80 г до 90 г на наружную сторону колбы или трубочки.

Применение центрифуги является дополнительным, но рекомендованным (смотреть 8.4.7).

5.3 Дистиллятор или установка для напыления, для дистиллирования растворителей и этанола из перегонной или конической колбы, или выпаривания из лабораторного стакана и чашки (смотреть 8.4.14) при температуре, не превышающей 100 °C.

5.4 Сушильный шкаф, с электрическим разогревом, с полностью открываемым вентиляционным проходом, поддерживающий температуру (102 ± 2) °C.

К сушильному шкафу должен быть прикреплен термометр.

5.5 Водяная баня, способная поддерживать температуру (65 ± 5) °C.

5.6 Колбы типа Можонье для экстракции жира, в соответствии с ИСО 3889.

ПРИМЕЧАНИЕ Возможно также применение трубочки для экстракции жира с сифоном или фитинги с омывающими бутылками, но процедура будет отличаться. Альтернативная процедура предусмотрена в Приложении Б.

Колбы для экстракции жира должны быть снабжены пробкой высокого качества или пробками из другого материала (например, силиконовый каучук или политетрафторэтилен), невоздействуемые применяемым реагентам. Пробки должны извлекаться с применением диэтилового эфира (4.5), продержать в воде при температуре 60 °С или более, не менее 15 минут, и затем опущены в холодную в воду, для того чтобы они были насыщены при использовании.

5.7 Штатив, для держания колб для экстракции жира (или трубочек) (п.5.6).

5.8 Промывочный бутыль, необходимый для применения смешанного растворителя (п.4.7).

Не должны применяться пластмассовые промывочные бутыли.

5.9 Сосуды для сбора жира, например, перегонные колбы (с плоским дном), вместимостью 125 см³ и 250 см³, конические колбы 250 см³, или металлические чашки.

Если используются металлические чашки, то они должны быть из нержавеющей стали, с плоским дном, диаметром от 80 до 100 мм и высотой приблизительно 50 мм.

5.10 Вспомогательные средства для процесса кипения, без содержания жира, из непористого фарфора или карбida кремния (дополнительно, когда используются металлические чашки).

5.11 Измерительный цилиндр, с одной меткой, вместимостью 5 см³ и 25 см³, по ГОСТ 1770 класс точности 1 или другие приборы, применяемые для рассматриваемого испытания.

5.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 см³, по ГОСТ 29169, класс 1.

5.13 Металлические щипцы, для держания колб, стаканов или чашек.

5.14 Мерные колбы, с одной меткой, вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770, класс 1.

5.15 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежат аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.

6 Отбор проб

Отбор проб молока и молочных продуктов и подготовка их к анализам – по ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809. Рекомендованный метод отбора проб предусмотрен в [1].

Хранить лабораторные образцы при температуре от 2 °С до 6 °С от времени отбора образца до времени начала процедуры.

7 Приготовление испытательного образца

Основательно помешать испытательный образец. Если необходимо, переместить все содержимое испытательного образца в воздухонепроницаемый контейнер приблизительно вдвое больше объема испытательного образца для выполнения данной процедуры.

8 Порядок проведения

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если необходимо проверить, соответствуют ли ограничения повторяемости, то два единичных определения необходимо выполнить в соответствии с 8.1 - 8.4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Альтернативная процедура, применяемая трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омываемых бутылок, предоставлены в Приложении Б.

8.1 Рабочая часть образца

Осторожно помешать испытательный образец. Необходимо сразу взвесить, с точностью до 1 мг, в колбе для экстракции жира (см. 5.6), одну из нижеприведенных рабочих частей образца:

- около 1,000 г сухого молока с высоким содержанием жира, сухого цельного молока или сыворотки ;

- около 1,500 г сухого частично снятого молока;
- около 1,500 г сухого снятого молока;
- около 1,500 г сухой сыворотки;
- около 1,500 г сухой пахты.

Переместить рабочую часть образца по возможности полностью в нижнюю часть колбы для экстракции жира.

8.2 Контрольные испытания

8.2.1 Контрольные испытания для метода

Выполнить контрольное испытание одновременно с определением, применяя такие же процедуры и такие реактивы, но заменяя дисперсные рабочие части образца в 8.4.1, на 10 см³ воды (см. А.2).

Когда используется один исходный образец для группы испытательных образцов, из которых отдельные образцы не могут иметь точно такие условия, необходимо обеспечить, чтобы процедура для получения значения

контрольного испытания, применяемая при вычислении результата соответствовала тому отдельному испытательному образцу.

Если полученное значение в контрольном испытании регулярно повышает 1,0 мг, необходимо проверить реактивы, если это не было осуществлено недавно (см. 8.2.2). Исправления более чем 2,5 мг должны указываться в протоколе испытания.

8.2.2 Контрольное испытание для реактивов

Чтобы проверить качество реактивов, следует выполнить контрольное испытание, приведенное в 8.3, которое предназначается для контроля массы. Реактивы не должны допускать содержания осадков более чем 1,0 мг (см. пункт А.1).

Если осадок законченного контрольного испытания реактива составляет более чем 1,0 мг, необходимо определить осадок растворителей в отдельности дистилляцией 100 см³ диэтилового эфира (см. 4.5) и петройлейный эфир (см. 4.6). Использовать пустой сосуд для сбора жира, подготовленный для контролируемого назначения для получения фактической массы осадка, которая не должна превышать 1,0 мг.

В некоторых случаях, растворители могут содержать летучие вещества, которые крепко удерживаются в жире. Если они являются показателями наличия таких веществ, необходимо выполнить контрольные испытания на все реактивы и для каждого растворителя, применяя сосуд для сбора жира с 1,0 г безводного молочного жира. Если необходимо, повторно дистиллированные растворители при наличии 1 г безводного молочного жира на 100 см³ растворителя. Использовать растворители сразу после повторной дистилляции.

Заменить несоответствующие реактивы и растворители, или повторно провести дистилляцию растворителей.

8.3 Приготовление сосуда для сбора жира

Высушить сосуд для сбора жира (см. 5.9) с несколькими вспомогательными средствами для процесса кипения (см. 5.10) в сушильный шкафу при температуре 102 °С на 1 часа.

ПРИМЕЧАНИЕ Вспомогательные средства для процесса кипения помогают спокойному кипению во время последующего отщепления растворителей, особенно, когда применяются стеклянные сосуды для сбора жира; их применение является дополнительным к металлическим чашкам.

Сосуд для сбора жира оставляют охладиться до температуры от 18 °С до 23 °С, закрыв от попадания пыли (стеклянный сосуд для сбора жира охлаждают не менее 1 часа, металлические чашки – не менее на 30 минут).

Чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерного охлаждения на длительный период, то сосуд для сбора жира не должен находиться в сушильной печи.

Использовать щипцы (см. 5.13) для перемещения сосуда для сбора жира на весы. Взвесить сосуд для сбора жира с точностью до 1,0 мг.

8.4 Определение

8.4.1 Осуществить определение без задержки. Добавить 10 см³ предварительно подогретую воду при температуре (65 ± 5) °C к рабочей части образца в колбу для экстракции жира (см. 8.1) для получения объема 10 см³. Использовать воду для промывания рабочей части образца в маленькой детали колбы для экстракции жира. Помешивать тщательно рабочую часть образца до тех пор пока рабочая часть не станет рассеиваться.

8.4.2 Добавить 2 см³ нашатырного спирта (см. 4.1) с рабочей частью образца (8.4.1), или эквивалентному объему более концентрированного нашатырного спирта (см. примечание к п.4.1). Помешивать тщательно рабочую часть образца в маленькой детали колбы для экстракции жира.

8.4.3 Подогреть колбу до (65 ± 5) °C в водяной бане (см. 5.5) от 15 до 20 минут осторожно взбалтывая. Остудить в проточной воде до температуры от 18 °C до 23 °C.

8.4.4 Добавить 10 см³ этианола (см. 4.2). Смешать осторожно, но тщательно, позволяя содержанию колбы для экстракции жира протекать назад и вперед между большой и маленькой частью. Избегать приближения содержания к горлышку колбы. Можно добавить 2 капли раствора конго красного (см. 5.3).

8.4.5 Добавить 25 см³ диэтилового спирта (см. 4.4). Закрыть колбу для экстракции жира пробкой, насыщенной водой или пробкой из других материалов, вымоченных в воде (см. 5.6). Взболтать колбу в течение 1 минуты для избегания образования стойкой эмульсии.

8.4.6 Добавить 25 см³ петройлейного эфира (см. 4.5). Закрыть колбу для экстракции жира пробкой, вымоченной водой. Помешать осторожно около 30 с как предусмотрено в 8.4.4. Продолжать взбалтывать как установлено в 8.4.5.

8.4.7 Центрифугировать закрытую колбу для экстракции жира от 1 минуты до 5 минут при радиальном ускорении от 80 м/с² до 90 м/с². Если центрифуга (см. 5.2) не доступна, необходимо оставить колбу в штативе (см. 5.7) на 30 минут, до тех пор пока всплывающий слой не станет ясным и заметно отделяется от водного слоя. Если необходимо, остудить колбу в проточной воде, до температуры от 18 °C до 23 °C.

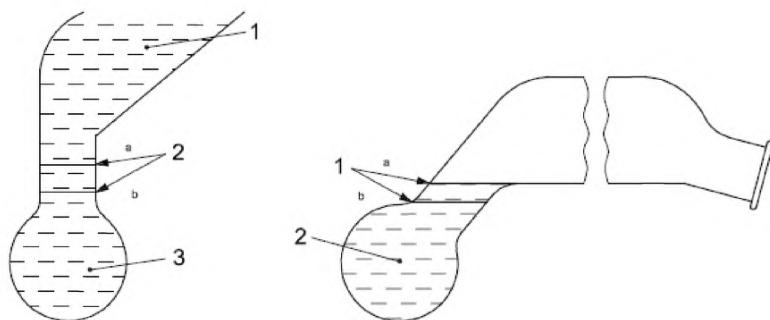
8.4.8 Осторожно вынуть пробку и промыть её и внутреннюю часть горловины колбы для экстракции жира с небольшим перемешанным растворителем (см. 4.6). Использовать бутылку для промывания, чтобы поток промывания был направлен в колбу. Если граница раздела ниже дна стержня колбы, то необходимо немножко поднять ее, тем самым, подняв уровень добавлением воды по стенке колбы (см. Рисунок 1) облегчая слияние растворителя.

8.4.9 Держать колбу для экстракции жира за маленькую шаровидную деталь и полностью перелить как можно больше всплывающего слоя в

приготовленный сосуд для сбора жира (см. 8.3), содержащий несколько вспомогательных средств для процесса кипения (см. 5.10) в сосуде для кипения и конической колбе (дополнительно с металлическими чашками). Избегать переливания водного слоя (смотреть Рисунок 2).

8.4.10 Промыть наружную часть горловины колбы для экстракции жира небольшим количеством смешанного растворителя (см. 4.6). Собрать использованный смешанный растворитель после промывания в сосуд для сбора жира. Смешанный растворитель не должен растекаться снаружи колбы для экстракции жира. Можно удалить растворитель или часть его от сосуда для сбора жира дистилляцией или выпариванием как установлено в 8.4.14.

8.4.11 Добавить 5 см³ этанола (см. 4.2) к содержимому колбы для экстракции жира. Применяя этанол, промыть внутреннюю часть горловины колбы и смешать как установлено в 8.4.4.



1 – растворитель,
2 – поверхность раздела,
3 – водный слой,
^a - при второй и третьей
экстракции,
^b - при первой и второй
экстракции

1 – поверхность раздела,
2 -водный слой,
^a - при второй и третьей экстракции,
^b - при первой и второй экстракции

Рисунок 2 – После переливания

Рисунок 1 – До переливания

8.4.12 Выполнить вторую экстракцию в последовательности, предусмотренной в п.п.8.4.5-8.4.9. Вместо 25 см³, использовать только 15 см³ диэтилового эфира (см. 4.4) и 15 см³ петролейного эфира (см. 4.5). С помощью применения диэтилового эфира промыть внутреннюю стенку горловины колбы для экстракции жира.

При необходимости нужно немного поднять поверхность раздела до середины стержня колбы осторожно добавляя воду по стенке колбы (см.

Рисунок 1) облегчая сливание растворителя, давая ему возможность завершению переливания как можно полностью (смотреть Рисунок 2).

8.4.13 Выполнить третью экстракцию без добавления этанола с повторением процессов, предусмотренных в п.п. 8.4.5 - 8.4.9. Использовать только 15 см³ диэтилового эфира (см. 4.5) и 15 см³ петройлейного эфира (см. 4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть внутреннюю стенку горловины колбы для экстракции жира.

При необходимости немножко поднять поверхность раздела до середины стержня колбы осторожно добавляя воду по стенке колбы (см. Рисунок 1) облегчая сливанию растворителя, давая ему возможность перелить как можно полностью (см. Рисунок 2).

ПРИМЕЧАНИЕ Третья экстракция может быть пропущена для продуктов с содержанием жира менее чем 5 % массовой доли.

8.4.14 Удалить растворители (включая этанол) по возможности полностью от сосуда для сбора жира, при дистилляции, применяя перегонную или коническую колбу, или при выпаривании, применяя лабораторный стакан или чашку (см. 5.3). Промыть внутреннюю часть горловины перегонной или конической колбы со смешанным раствором (см. 4.5) до начала дистилляции.

8.4.15 Нагреть сосуд для сбора жира, с помощью перегонной или конической колбы, установленной на ее стороне, позволить растворителю сбросить пар, около часа в сушильном шкафу (см. 5.4), установленного при температуре 102 °C. Снять сосуд для сбора жира и сразу же проверить мутный жир или прозрачный. Если жир мутный, то предполагается, что добавляемое жировое вещество присутствует и вся процедура должна выполняться заново. Если жир прозрачный, прикрыть сосуд для сбора жира от пыли и оставить его охлаждаться (нежелательно в сушильном шкафу) до температуры от 18 °C до 23 °C (стеклянный сосуд для сбора жира на 1 час, металлическая чашка на 30 минут).

Не вытираять сосуд для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Использовать щипцы (см. 5.13) для переноса сосуд для сбора жира на весы. Взвесить сосуд для сбора жира с точностью до 1,0 мг.

8.4.16 Нагреть сосуд для сбора жира, с помощью перегонной или конической колбы, позволить растворителю сбросить пар в сушильном шкафу (см. 5.4) 30 минут, установленный при температуре 102 °C. Остудить и взвесить как установлено в 8.4.15. При необходимости повторять процесс нагревания и взвешивания до тех пор пока масса сосуда для сбора жира не снизиться до 1,0 мг или менее, или не увеличиться между двумя последующими взвешиваниями. Зафиксировать минимальную массу как массу сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества.

9 Обработка результатов

9.1 Расчет

Вычислить содержание жира w_f , выраженного как процентная массовая доля, по формуле (1):

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

где, m_0 - масса рабочей части образца (8.1), г;

m_1 - масса сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества, установленного в 8.4.16, г;

m_2 - масса подготовленного сосуда для сбора жира (8.3), г;

m_3 - масса сосуда для сбора жира, используемого для контрольного испытания (9.2) и экстрагированного вещества, установленного в 8.4.16, г;

m_4 - масса сосуда для сбора жира (8.3), используемого в контрольном испытании (8.2), г.

9.2 Выражение результатов

Округлить результат до двух десятых знаков.

10 Точность

10.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторного испытания в соответствии с требованиями с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6. Значение для ограничений повторяемости и воспроизводимости выражено для возможного уровня 95 % и не может быть применено в интервале концентрации и матрицах, кроме тех представленных.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами, полученные таким же методом на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории таким же оператором с использованием такого же оборудования в короткий интервал времени, не более чем 5 %, в случае если массовая доля жира будет больше чем:

- 0,20 % для сухого молока с высоким содержанием жирности и сухого цельного молока;
- 0,15 % для сухого частично снятого молока;
- 0,15 % для сухого снятого молока и сухой сыворотки.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами, полученными таким же методом на идентичном испытательном материале в различных лабораториях разными операторами с

СТ РК ИСО 1736-2009

использованием разных оборудований, не более чем 5 %, в случае если массовая доля жира будет больше чем:

- а) 0,30 % для сухого молока с высоким содержанием жирности и сухого цельного молока;
- б) 0,25 % для сухого частично снятого молока;
- в) 0,20 % для сухого снятого молока и сухой сыворотки.

11 Оформление результатов контроля

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- а) всю информацию необходимую для окончательной идентификации образца;
- б) применяемый метод отбора образцов, если известен;
- в) применяемый испытательный метод, вместе со ссылкой на настоящий стандарт;
- г) все операционные детали, не установленные настоящим стандартом, или рассмотренные в качестве дополнительного, вместе с деталями случаев, которые могут влиять на результат испытания;
- д) сделанные исправления, если получено значение более чем 2,5 мг в контрольном испытании для метода;
- е) результаты испытания.

Приложение А

(обязательное)

Примечания к процедурам

А.1 Контрольное испытание для проверки реактивов (см. 8.2.2)

В данном контрольном испытании, сосуд для сбора жира, применяется для того, чтобы изменения в атмосферных условиях комнаты для взвешивания или воздействия температуры сосуда для сбора жира неверно представляли наличие или отсутствие летучего вещества в экстракте реактивов. Данный сосуд для сбора жира может применяться как противовесный сосуд в случае применения двухчашевых весов. Иначе отклонения массы ($m_4 - m_3$ в 9.1) сосуда для сбора жира для контроля должны быть рассмотрены, если проверяется масса сосуда для сбора жира, применяемая для контрольного испытания. Следовательно, изменения в присоединенной массе сосуда для сбора жира для контроля не должны представлять повышение в массе более чем 1,0 мг.

Очень редко, растворители могут содержать летучие вещества, которые крепко удерживаются в составе жира. Если они являются показателями наличия таких веществ, то необходимо выполнить контрольное испытание на все реактивы и по каждому растворителю, применяя сосуд для сбора жира с 1 г безводного молочного жира. По требованию, подвергнуть повторной перегонке при наличии 1 г безводного молочного жира на 100 см³ растворителя. Использовать растворители нужно быстро после второй перегонки.

А.2 Контрольное испытание, выполненное одновременно с определением (см. 8.2.1)

Значение, полученное при контрольном испытании, выполненное одновременно с определением, позволяет присоединенной массе вещества, экстрагированного из рабочей части образца ($m_1 - m_2$), корректироваться при наличии какого-либо летучего вещества, извлеченного из реактивов, и также при каких-либо изменениях атмосферных условий в комнате для взвешивания и некоторой разнице температуры между сосудом для сбора жира и комнатой для взвешивания, произведенных двумя взвешиваниями (8.4.16 и 8.3).

Под благоприятными условиями (низкое значение в контрольном испытании на реактивах, постоянная температура комнаты для взвешивания, соответствующее времени охлаждения для сосуда для сбора жира), значение будет обычно показывать менее чем 1,0 мг и может затем быть упущен при обычном измерении. Несущественно повышенные значения (положительные и отрицательные) до 2,5 мг также часто встречаются. После коррекции для данных значений, результаты будут точными. Исправления на более чем 2,5 должны быть приведены в протоколе испытаний (раздел 11).

Если значение, полученное в данном контрольном испытании, превышает 1,0 мг, то реактивы необходимо проверить, если это не было сделано в последнее время. Какие-либо загрязненные реактивы или использованные реактивы должны быть заменены или обработаны (см. 8.2.2 и пункт А.1).

А.3 Испытания на перекиси

Чтобы провести испытания на перекиси, добавить 1 см³ приготовленного 100 г/дм³ раствора иодида калия в 10 см³ диэтилового эфира (4.5) в маленький цилиндр с притертой пробкой, который был предварительно промыт эфиром. Взболтать цилиндр и оставить на 1 минуту. В прослойке диэтилового эфира не должен получиться желтый цвет.

Могут использоваться другие способы испытания не перекиси.

Чтобы гарантировать, что диэтиловый эфир был свободный, то необходимо обработать диэтиловый эфир, по крайней мере, за три дня до применения по нижеприведенным методам.

Разрезать цинковую фольгу полосками, чтобы охватывал на пол оборота бутылки, содержащий диэтиловый эфир, используя приблизительно 8000 мм² фольги на литр диэтилового эфира.

До применения, полностью погрузить полоски из фольги на 1 минуту в раствор, содержащий 10 г пентагидрат сульфата меди (II) (CuSO₄·5H₂O) и 2 см³ концентрированной (98 % массовой доли) серной кислоты на литр. Промыть полоски полностью осторожно водой, поместить влажные покрытые медью полоски в бутылку, содержащий диэтиловый спирт, и оставить полоски в бутылке.

Могут использоваться другие методы, гарантирующие, что они не будут влиять на результат определения.

А.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты

Диэтиловый эфир, содержащий 1 мг антиоксиданта на килограмм, является доступным в некоторых странах, в особенности при определении содержания жира. Данное содержание не исключает его применения для эталонного назначения.

В других странах диэтиловый эфир с высоким содержанием антиоксиданта, до 7 мг/кг является доступным. Такой эфир должен применяться только для обычных определений обязательным контрольным испытанием, выполненного одновременно с определением для исправления систематических ошибок в результате антиоксидантного осадка. Для эталонного назначения, такой диэтиловый эфир должен всегда дистиллироваться до использования.

А.5 Этанол

Этанол, денатурированный иным способом, чем при добавлении метанол может применяться, гарантируя, что денатурант не будет влиять на результаты определения.

Приложение Б (информационное)

Альтернативная процедура с применением трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омывающие бутылку

Б.1 Общее применение

Если применяются трубочки для экстракции жира с сифоном или фитингами омывающие бутылку, то необходимо использовать процедуру, установленную в данном приложении. Трубочки должны быть оснащены пробками или пробками хорошего качества, как предусмотрено для колб в 5.6 (см. Рисунок Б.1 в качестве примера).

Б.2 Процедура

Б.2.1 Приготовление испытательного образца

См. раздел 7.

Б.2.2 Рабочая часть образца

Продолжать как установлено в 8.1, но используя трубочки для экстракции жира (см. Примечания к 5.6 и Рисунок Б.1).

Рабочая часть образца помешать по возможности полностью до нижней части трубочки для экстракции жира.

Б.2.3 Контрольное испытание

См. 8.2 и пункт А.2.

Б.2.4 Приготовление сосуда для сбора жира

Смотреть 8.3.

Б.2.5 Определение

Б.2.5.1 Осуществить определение без задержки.

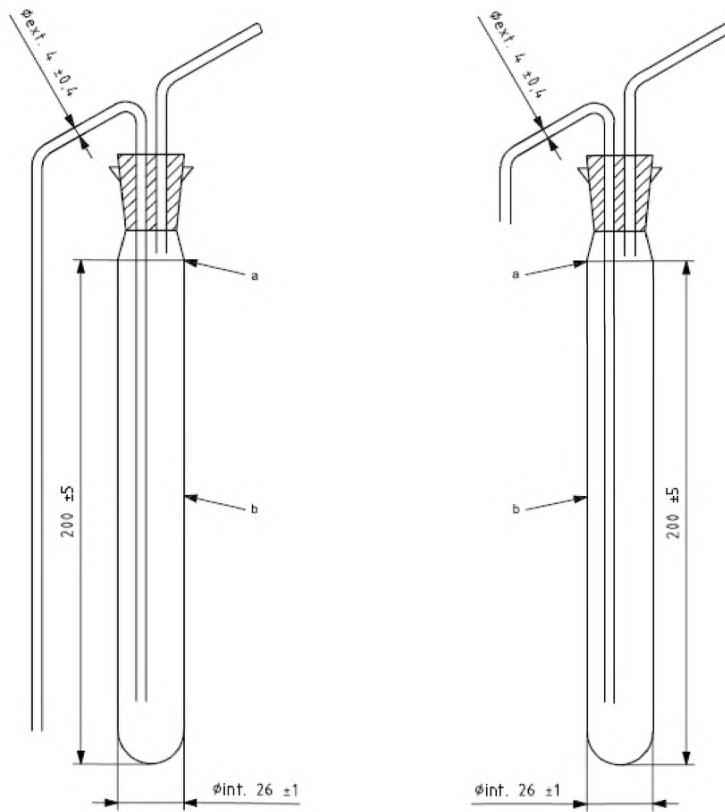
Добавить 10 см³ воды, подогретой до температуры (65 ± 5) °С к рабочей части образца в трубочке для экстракции жира (Б.2.2), для того чтобы промыть рабочую часть образца на нижней части трубопровода. Помешать основательно.

Б.2.5.2 Добавить 2 см³ нашатырного спирта (4.2) к рабочей части образца в трубочке для экстракции жира (Б.2.5.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора нашатырного спирта (см. Примечание к 4.2). Помешать тщательно с предварительно обработанной частью образца в нижней части трубочки для экстракции жира.

Б.2.5.3 Подогреть трубочку до температуры (65 ± 5) °С в водяной бане (5.5) от 15 до 20 минут помешивая. Остудить в проточной воде до температуры от 18 °С до 23 °С.

Б.2.5.4 Добавить этанол (4.3). Помешать осторожно, но тщательно смешиванием в нижней части трубочки для экстракции жира. По желанию, можно добавить 2 капли раствора конго красного (4.3).

Размеры в миллиметрах



а) с сифоновым фитингом

б) с фитингом омывающую бутылку

^a - вместимость до данного уровня со снятыми фитингами $(105 \pm 5) \text{ см}^3$.

^б - толщина стенки $(1,5 \pm 0,5) \text{ мм}$.

Рисунок Б.1

Б.2.5.5 Добавить 25 см^3 диэтилового эфира (4.5). Закрыть трубочку для экстракции жира корковой пробкой, сатурированной водой или пробкой, сделанной из другого материала смоченной в воде (5.6). Потрясти сильно трубочку, но не переусердствовать, повторными инверсиями в 1 минуту, чтобы избегать образования устойчивой эмульсии. По необходимости, остудить трубочку в проточной воде. Полностью удалить пробку и промыть

ее и горловину трубочки со смешанным раствором (4.7). Использовать промывающую бутылку (5.8), для того чтобы полоскание было внутри трубочки.

Б.2.5.6 Добавить 25 см³ петролейного эфира (4.6). Закрыть трубочку для экстракции жира, смоченной пробкой (погружением в воду). Потрясти трубочку осторожно 30 сек, как описывается в Б.2.5.5.

Б.2.5.7 Центрифугировать закрытую трубочку для экстракции жира от 1 до 5 минут при радиальном ускорении от 80 до 90 м/с². Если центрифуга (5.2) не доступна, необходимо оставить колбу в штативе (5.7) на 30 минут, до тех пока всплывающий слой не станет ясным и заметно отделяется от водного слоя. Если необходимо, остудить колбу в проточной воде, до температуры от 18 °С до 23 °С.

Б.2.5.8 Осторожно вынуть пробку и промыть его и внутреннюю часть горловины колбы для экстракции жира с небольшим перемешанным растворителем (4.6). Использовать бутылку для промывания, чтобы поток промывания был направлен в колбу.

Б.2.5.9 Вставить сифоновый фитинг или фитинг омывающей бутылки в трубочку для экстракции жира. Протолкнуть длинный внутренний лимб фитинга до тех пор, пока входное отверстие не станет приблизительно 4 мм над поверхностью раздела между слоями. Внутренний лимб фитинга должен быть параллелен к оси трубочки для экстракции жира.

Полностью перенести всплывающий слой из трубочки для экстракции жира в сосуд для сбора жира (смотреть 8.3), содержащий несколько вспомогательных средств для процесса кипения (5.10) в отношении перегонных и конических колб (дополнительно с металлическими чашками). Избегать перелива водного слоя. Промыть выпускное отверстие фитинга небольшим смешанным раствором, собранного промываниями в сосуд для сбора жира.

ПРИМЕЧАНИЕ Всплывающий слой может быть перенесен из трубочки для экстракции жира с использованием, например, резиновой грушей, прикрепленного к короткому стержню с приложением давления.

Б.2.5.10 Ослабить снова фитинг от горлышка трубочки для экстракции жира. Немного поднять фитинг и промыть нижнюю часть его длинного внутреннего лимба смешанным растворителем (4.7). Отпустить и вставить заново фитинг и перелить промывания в сосуд для сбора жира.

Промыть проход фитинга со смешанным раствором, собирая промывания в сосуд для сбора жира. По желанию, удалить растворитель или его часть от сосуда для сбора жира дистилляцией или выпариванием как установлено в 8.4.14.

Б.2.5.11 Снова ослабить фитинг от горлышка. Немного поднять фитинг и добавить 5 см³ этанола в содержимое трубочки для экстракции жира.

СТ РК ИСО 1736-2009

Использовать этанол для промывания длинного внутреннего лимба фитинга. Смешать как описывается в Б.2.5.4.

Б.2.5.12 Выполнить вторую экстракцию с повторением процессов, предусмотренных в Б.2.5.5 - Б.2.5.10. Вместо 25 см³, использовать только 15 см³ диэтилового эфира (4.5) и 15 см³ петройлейного эфира (4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть длинный внутренний лимб фитинга во время смещения фитинга из трубочки для экстракции жира после предыдущей экстракции.

Б.2.5.3 Выполнить третью экстракцию без добавления этанола с повторением процессов, предусмотренных в Б.2.5.5 - Б.2.5.10. Опять использовать только 15 см³ диэтилового эфира (4.5) и 15 см³ петройлейного эфира (4.6). С помощью применения диэтилового эфира промыть длинный внутренний лимб фитинга как описывается в Б.2.5.12.

ПРИМЕЧАНИЕ Третья экстракция может быть пропущена для продуктов с содержанием жира менее чем 5 % массовой доли.

Б.2.5.4 Продолжить процесс, как установлено в 8.4.14 – 8.4.16.

Библиография

[1] ISO 707:2008 Milk and milk products - Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты – Руководство по отбору проб).

УДК 637.143.2:637.041:543.557:006.354(574)

МКС 65.060

Ключевые слова: молоко сухое, содержание жира, гравиметрический метод, принцип, реактивы, процедура, приборы, испытательный образец

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы оғсектік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» гимараты
Тел.: 8 (7172) 240074