



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**СУТ
МАЙ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ
ГРАВИМЕТРЛІК ӘДІС (БАҚЫЛАУ ӘДІСІ)**

**МОЛОКО
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)**

ҚР СТ ИСО 1211-2011

ISO 1211-2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method), IDT

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
Мемстандарт**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**СҮТ
МАЙ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ
ГРАВИМЕТРЛІК ӘДІС (БАҚЫЛАУ ӘДІСІ)**

ҚР СТ ИСО 1211-2011

ISO 1211-2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method), IDT

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны тарапынан № 69 «Инфрақұрылымның инновациялық технологиялары» Стандарттау жөніндегі техникалық комитетті **ӘЗПЛЕП ЕҢГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің техникалық реттеу және метрология комитетті төрағасының 2011 жылғы 17 қарашаның № 623-од бұйрығымен **БЕКІТІЛПІ ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Бұл стандарт ISO 1211-2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method) (ISO 1211 Сүт. Май мөлшерінің анықталуы. Гравиметрикалық әдісі (Бақылау әдісі)) бірдей. Ресми нұсқасы мемлекеттік және орыс тілдеріндегі мәтін болып табылады

Халықаралық стандарт Тамак өнімдері, Сүт және сүт өнімдері SC 5 комитет бөлімшесі мен IDF және ISO-мен бірге ISO/TK 34 Техникалық комитетті тарапынан дайындалған

Ағылшын тілінен аударма (en)
Сәйкестік деігейі – бірдей, IDT

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2016 жыл
5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Бұл стандартқа қатысты озгерістер туралы мәлімет жылда басылатын «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» атты ақпараттық сілтемеүіште, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні ай сайын балысын отыратын «Мемлекеттік стандарттар» атты ақпараттық сілтемеүштерінде жарияланады. Бұл стандарттың қайта қарастыру (алмастыру) немесе жою жағдайында сәйкес хабарлама ай сайын балысын отыратын «Мемлекеттік стандарттар» атты ақпараттық сілтемеүштерінде жарияланады.

Бұл стандарт ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің техникалық реттеу және метрология комитеттінің шешімінсіз толық немесе жартылай жаңадан өндірілуі, тираждануы, және таратылуы мүмкін емес

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТИК СТАНДАРТЫ**СҮТ. МАЙ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ
ГРАВИМЕТРЛІК ӘДІС (БАҚЫЛАУ ӘДІСІ)**

Енгізілген күні 2012-07-01

1 Қолданылу саласы

Бұл мемлекеттік стандарт физикалық-химиялық сапасы жақсы сүттің май мөлшерін анықтау үшін эталлон әдісін белгілейді.

Әдіс шикі күйіндегі сиыр сүтіне, шикі күйіндегі қой сүтіне, шикі күйіндегі ешкі сүтіне, қаймағы алынғын сүтке, химиялық заттармен косервілген сүтке және өндөлген сұйық сүтке қатысты қолданылады.

Майсыздандырылған сүт үшін жоғары дәлдік қажет босағна жағдайда бұл әдіс қолданылмайды, мысалы сүт сепараторларының жұмыс істеу тиімділігін анықтау үшін.

Әдіс шикі күйіндегі сиыр сүтіне, шикі күйіндегі қой сүтіне, шикі күйіндегі ешкі сүтіне, қаймағы алынғын сүтке, химиялық заттармен косервілген сүтке және өндөлген сұйық сүтке қатысты қолданылады.

ЕСКЕРТПЕ [7] майсыздандырылған сүттен жасалған өнімдер үшін қолданылған арнайы әдісті көрсетеді.

2 Нормативтік сілтемелер

Бұл стандартты қолдану үшін мынадай сілтемек нормативтік құжаттар қажет. Күні белгіленген сілтемелер үшін тек қана белгіленген сілтемелі құжаттың басылымы қолданылады.

ҚР СТ 1.9–2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында стандарттау бойынша шетел мемлекеттерінің халықаралық, аймақтық және ұлттық стандарттарының, басқа нормативті құжаттарының қолданылу реті.

ISO 3889:2006* IDF 219 Milk and milk products. Specification of Mojonnier-type fat extraction flasks (Сүт және сүт өнімдері. Можонье әдісі арқылы май мөлшерін анықтау үшін экстракциондық шыны сауыттардың айрықшаламасы).

ЕСКЕРТПЕ Бұл стандарттарды қолданған кезде ағымдағы жылдың 1-ші қантарындағы жағдайға қарай құрастырылған «Стандарттау бойынша нормативті құжаттар» сілтеуіші және ағымдағы жылда жарияланған сәйкес ақпараттық сілтеуіш бойынша сілтеме стандарттарының іске қосылуын тексеру маңызды болып табылады. Егер сілтеме құжаты алмастырылған (өзгерілген) болса, онда бұл стандартты қолданған кезде алмастырылған (өзгерілген) стандартты нұсқау етіп қолдану қажет. Егер сілтеме құжаты алмастырылмай күші ойылса, онда оған берілген сілтеме ережелерінде бұл сілтемеге қатысты болмайтын бөлімі беріледі.

3 Терминдер мен анықтамалар

Бұл стандартта келесі термин сәйкес анықтамамен қолданылады:

Сүттегі май мөлшері (fat content of milk): бұл стандартта сипатталған әдіс бойынша анықталған заттардың салмақтық мөлшері.

ЕСКЕРТПЕ Май мөлшері салмақтық үлес ретінде көрсетілген, пайызбен.

* СТ РК 1.9 ҚР СТ сәйкес қолданылады.

ҚР СТ ИСО 1211-2011

4 Әдістің мәні

Сыналатын үлгінің амиак-спирт ерітіндісі диэтил эфири мен петролейн эфири көмегімен айырылып алынады. Еріткіштерді айыру немесе буландыру арқылы жояды. Айырылатын заттардың салмағын анықтайды.

ЕСКЕРПЕ Әдіс Розе-Готлиб ережесі ретінде танымал.

5 Реактивтер

Тек қана анықталған аналитикалық біліктілік реактивтерін және сұзілген су немесе тазалығы эквивалентті диминералды суды қолдану.

Көрсетілген 9.3.2 әдісі арқылы анықтау үрдісі жүргізілген кезде реактивтер айтарлықтай тұнба қалдырмауы қажет.

5.1 Аммиак ерітіндісі, салмак үлесі NH₃ шамамен 25 % [$\rho_{20} = 910 \text{ г/л}$].

ЕСКЕРПЕ Егер аммиак ерітіндісінің қажетті концентрациясы қолда болмаса, концентрациясы әлдеқайда қатты ерітіндін пайдалануға болады (9.5.1).

5.2 Этанол (C₂H₅OH), немесе этанол, денатурирленген метанол, құрамында этанолдың үлкен үлесі болады, кем дегенде 94 % (А.4).

5.3 Конго қызыл ерітіндісі

1г Конго қызыл реактивін (C₃₂H₂₂N₆Na₂O₆S₂) сыйымдылығы 100 мл бір таңбасы бар шыны өлшеу сауыттында суга ерітеді (6.14). таңбага дейін сумен араластырады.

ЕСКЕРПЕ 1 Бұл ерітіндін қолдану еріткіш пен судың арасындағы бөлу шекарасын нақты көрүте мүмкіндік береді, міндетті түрде емес (9.5.2). Басқа су түсті ерітінділер қолданылуы мүмкін, егер олар анықтау нәтижелеріне әсер тигізбесе.

ЕСКЕРПЕ 2 Конго қызыл канцерогенді болып табылады.

5.4 Диэтил эфири (C₂H₅OC₂H₅), тотықтан еркін (А.3), және бақылау тәжірибесі талаптарын қанағаттандырады (9.3.2 және А.2).

ЕСКЕРПЕ Диэтил эфирінің қолданылуы қауіпті жағдайларға әкелуі мүмкін. Жұмыс істеген кезде, қолданған және жойған кезде қауіпсіздік шараларын сақтау қажет.

5.5 Петролейн эфири, қайнау температурасының диапазоны 30 °C тан 60 °C дейін, эквивалент ретінде, пентан (CH₃[CH₂]₃CH₃) қайнау температурасы 36 °C, тәжірибесі талаптарын қанағаттандырады (9.3.2, А.1 және А.2).

5.6 Араластырылған ерітінді. Қолданыстан бұрын бірдей мөлшерде диэтил эфири (5.4) мен петролей эфирін (5.5) араластырыңыз.

6 Аппаратура

ЕСКЕРПЕ Барлық жұмыс істейтін электр аппаратура мұндаиды ерітінділерді қолданған кезде қауіпсіздік ережелеріне сай болуы қажет, өйткені анықтама кезінде өртенгіш үшпа ерітінділер қолданылады.

Қалыпты зертханалық жабдық және, әсіресе, келесі:

6.1 1 мг дейін нақты өлшемді қамтамасыз ететін аналитикалық таразы, шкала бөлімі 0,1 мг.

6.2 Шыны сауыттың немесе тұтіктің сыртқы жағынан радиалды жылдамдығы 80 г-нан 90-ға дейін, айналым жиілігі 500 мин⁻¹ дан 600 мин⁻¹ дейін май айыру үшін шыны сауыт немесе тұтіктерді (6.6) ұстай алатын центрифуга.

Центрифуганы қолдану міндетті емес, бірақ ұсынылады (9.5.5).

6.3 Айыру немесе буландыру үшін, шыны сауыттан ерітіндін немесе этанолды айыру үшін, айыру немесе коникалық шыны сауыт үшін, немесе темепературасы 100 °Сден жогары болмаған кезде станкандар мен тостағандардан (9.5.12) буландыру үшін аппарат.

6.4 Желдету тесіктері ашық электр кептіргіш шкаф, жұмыс кезіндегі қолданылатын температура (102 ± 2) °C.

Шкаф сәйкес термометрмен жабдықталуы қажет.

6.5 Су моншасы, қолданылатын температуры 35 °C тан 40 °C дейін.

6.6 Майды айырып алу үшін ISO 3889 суреттелген Можоне шыны сауыттары.

ЕСКЕРТЕПЕ Сифоны немесе жуу қондырғысы бар май айыру тұтігін пайдалану мүмкін, бірақ бұл жағдайда әдіс айырықша болады. Балама әдісі В қосымшасында суреттелген.

Май айыру шыны сауыттар сапасы жақсы қабық тығындармен немесе басқа материалдардан жасалған пайдаланылатын реагенттермен әрекеттеспейтін стопорлармен қамтамасыз етілуі қажет (мысалы, силикон резенкесі немесе полиэтилентерефталат (PTFE)). Қабық тығын диэтил эфирмен өңделуі (5.4), кем дегенде 15 минуттың ішінде 60 °C немесе одан да аскан температурада суда сақталуы қажет жне содан кейін қолданылудан бұрын сумен толтыру үшін суда сұтылыған.

6.7 Май айыру шыны сауыттарды (немесе тұтіктер) тіреп тұру үшін тіреуіштер (6.6).

6.8 Арапас ерітінділерді пайдалану үшін қолайлы жуу қондырғылары (5.6). Жуу үшін пластмас қондырғыларды қолданбау қажет.

6.9 Сыйымдылығы 125 мл ден 250 мл дейін айыру үшін (тұбі жазық) шыны сауыттар, сыйымдылығы 250 мл коникалық шыны сауыттар мен металл тостақандар сияқты май жинау ыдыстар.

Егер металл тостақандар қолданылса, олар тот баспайтын құрыштан жасалуы қажет, тұбі жазық және диаметрі 80 мм ден 100 мм дейін, ал биіктігі шамамен 50 мм.

6.10 Қайнатуды жеңілдететін материал, майсыздандырылған, көпіршіктелмеген фарфордан, кремний карбит немесе шыныдан.

6.11 Сыйымдылығы 5 мл ден 25 мл дейін өлшеу цилиндрлері, [4] класс А, немесе берілген өнімге сай кез келген басқа аппарат.

6.12 Сыйымдылығы 10 мл градуирленген пипетка, [2] класс А.

6.13 Шыны сауыттарды, зертханалық стакандар мен тостақандарды ұсташа үшін металдан жасалған ұсташышылар.

6.14 Сыйымдылығы 100 мл бір таңбалы өлшеу шыны сауыттар, [3] класс А.

7 Үлгілерді іріктеу

Бұл стандартта үлгілерді іріктеу үрдісі сипатталмаған. Ұсынылған үлгілерді іріктеу әдісі [1] көрсетілген.

Зертхананың шын мәнінде белсенді және тысамал немесе сақталу кезінде бұзылмаган үлгі алуы өте маңызды болып табылады.

Үлгілерді іріктеу мерзімінен бастап 2 °C ден 6 °C дейін температурада сақтау қажет.

8 Сынақ үшін үлгіні дайындау

Су моншасына сыналатын үлгіні (38 ± 2) °C температурага дейін жылтытады (6.5). Сүт майының көбікенеуін немесе шайқалуын болдырмай үлгіні мұқият араластырады. Үлгіні тез арада (20 ± 2) °C температурага дейін сұтытады.

Егер біртекті үлгілер алдын ала жылтыту жасалынбай алынуы мүмкін болса (мысалы, майсыздандырылған сүт үлгілері), сынақ үшін үлгіні (20 ± 2) °C температурасына дейін

КР СТ ИСО 1211-2011

жеткізеді және көптеген рет үлгілерге арналған шыны сауытты бұрып мұқият араластырады.

Май мөлшерінің нақты мәнін алуға болмайды, егер:

- a) сұт майы бұлғанса;
- b) еркін май қышқылдарының анық іісі нақты сезіледі;

ЕСКЕРТПЕ Ешкі сүтінің құрамында табиғи түрде еркін май қышқылының төмен деңгейі бар, бұл әдіспен барлығы шыгарып алынбайды.

c) егер үлгінің дайындығы кезінде немесе одан кейін үлгісі бар шыны сауыттың қабырғасында ақ бөлшектер көрінген немесе үлгінің бетінде май тамшысы қалқып жүреді.

9 Үрдіс

9.1 Жалпы ережелер

Қайталану шегінің сәйкестігіне әдісті тексеру үшін (11.2) 9.2 және 9.5 сәйкес екі анықтама жасайды.

ЕСКЕРТПЕ Сифоны немесе жуу құрылғысы бар (6.6 қатысты Ескертпе) май айыру түтігін пайдалана отырып балама әдісі В қосымшасында берілген.

9.2 Сыналатын үлгі

Сауытты үш немесе төрт рет бұра отырып үлгіні мұқият араластырады (8-ші бөлім). Бірден 10 г наан 11 г дейін сыналатын үлгінің тікелей немесе 1 мг нақтылықпен майды айыру шыны сауытында (6.6) кеміту арқылы өлшейді.

Мүмкіндігінше үлгінің кішкентай май айыру шыны сауытына толық тасымалдайды.

9.3 Бақылау тәжірибесі

9.3.1 Әдісті тексеру үшін бақылау тәжірибесі

Бақылау тәжірибесін бірдей әдіс пен бірдей реактивтерді пайдалана отырып, бірақ сыналатын үлгіні 9.2-да 10 мл суға (A.1) алмастыра отырып үлгінің талдауымен бірге орындаиды.

Сынақ үшін үлгі топтама талданған кезде, кептіру кезеңдерінің сандары әртүрлі үлгілердің арасында айрықша болуы мүмкін. Егер барлық топтама үшін бланкілік үлгісі қолданылса, онда кез келген бөлек үлгінің май мөлшерінің есебінде қолданылатын бланкілік үлгі үшін мағына сынақ үшін бөлек үлгімен бірдей шарттарда алынуы қажет.

Егер бақылау тәжірибесі барысында алынған мағына әрдайым 1,0 мг асатын болса, реактивтерді тексеру қажет (9.3.2). 2,5 мг түзетулер сынақ протоколдарында белгіленуі қажет.

9.3.2 Реактивтерді тексеру үшін бақылау тәжірибесі

Реактивтердің сапасын тексеру үшін 9.3.1 бойынша бақылау тәжірибесі орындалады. Май жинау үшін салмақты бақылау мақсатымен қосымша ретінде 9.4 бойынша дайындалған бос ыдысты қолданады. Реактивтер 1,0 мг (A.2) астам тұнба калдырмауды қажет.

Егер бақылау тәжірибесінде тұнба салмағы 1,0 мг астам болса, бөлек айдау жолымен 100 мл диэтил эфир (5.4) және петролейн эфир (5.5) сәйкес ерітінділердің тұнба мөлшерін анықтау қажет. 1,0 мг-ден аспауы қажет болған тұнбаның нақты салмағын алу үшін жоғарыда сипатталғандай бақылау максаттары үшін дайындалған бос май жинау ыдысын қолданады.

Сапасы төмен реактивтерді, ерітінділерді және реактивтердің кайталанған айдаудан кейін алмастыру.

9.4 Май үшін жинақ дайындау

Қайнатуды женілдететін (6.10) материалды қосумн май жинау ыдысын (6.9) кептіріш шкафында (6.4) 1 сағат ішінде (102 ± 2) °C температура кезінде кептіреді.

ЕСКЕРТПЕ 1 Қайнатуды женілдететін материалдар ерітінділердің келесі жойылуы кезінде калыпты қайнавын сактау үшін қажет, әсіресе егер май жинау үшін шыны ыдыстар қлданылса..

Май жинау ыдысын шаңдан корғау және таразы бөлменің температурасына дейін сұту қажет. Май жинау үшін шыны ыдысты – кем дегенде 1 сағат, металл тостақанды – кем дегенде 30 минут. Жартылай сұтууды болдырмау үшін немесе сұтуудың шамадан тыс ұзак уақытын болдырмау үшін май жинау ыдыстарын эксикаторға орналастырмау қажет.

Таразыга май жинау ыдыстарын орналастыру үшін ұстауыштарды пайдаланады (6.13). Май жинау ыдысын 1,0 мг нақтылықпен өлшейді.

ЕСКЕРТПЕ 2 Әсіресе, температуралық өлшемдерді болдырмау үшін ұстауыштарды пайдалану ұсынылады.

9.5 Анықтау

9.5.1 Анықтауды үлгіні өлшеу мерзімінен бастап 1 сағаттың ішінде орындаиды.

Май айыру шыны сауытына (9.2) сыннаталатын үлгіге қатысты 2 мл аммиак ерітіндісін (5.1) немесе әлдекайда қатты концентрленген эквивалентті аммиак ерітіндісін (5.1) қосады. Айыру шыны сауытының кіші ыдысында сыннаталтын үлгімен мұқият арапастырады.

9.5.2 10 мл этанол қосады (5.2). Айыру шыны сауытының ішіндегісінің кіші және үлкен ыдыс арасында тікелей және кері бағыттарда ағуы үшін ұзын ұзындықты, алайда мұқият арапастырады. Сұйықтықтың шыны сауыттың аузына қарай жақын жетуін бодырмау. Қажет болса, Конго қызыл (5.3) етітіндісінің 2 тамшысын қосуға болады.

9.5.3 25 мл диэтил эфирін қосады (5.4). Шыны сауытты суланған қабат тігінен жабады (6.6). тұрақты эмульсиялардың пайда болуын бодырмау үшін 1 минуттың ішінде сілкеу, бірақ қатты емес.

Сілкеу кезінде жоғары бағытталған кіші ыдысы бар май айыру шыны сауытын көлденен ұстаса қажет, дүркін-дүркін сұйықтыққа кіші ыдыстан үлкен ыдысқа ағуға мүмкіндік бере отырып. Қажет болған кезде бөлме температурасына дейін ағын суға сұтады. Мұқият тығынды алып шығады және оны сонымен қатар оның аузын арапастаралған ерітіндісінің азғана мөлшерімен жуады (5.6). Жуу сұйықтығы шыны сауытына ағуы үшін жуу құрылғысын пайдаланады (6.8).

9.5.4 25 мл потролит эфирін қосады (5.5). Айыру шыны сауыттың қайтадан суланған тығынмен немесе бітеуішпен жабады. 9.5.3 суреттелгендей 30 секундтың ішінде мұқият арапастырады.

9.5.5 Жабық шыны сауытты жылдамдығы 80 г-нан 90г дейін 1 минуттан 5 минутке дейін центрифугтайды. Егер центрифуга болмаса (6.2), жабық шыны сауытты тіреуішке қою қажет (6.7) және сұйықтықтың үстінгі қабаты мөлдір болып су қабатынан бөлінгенше 30 минут ұстаса қажет.

9.5.6 Мұқият тығын немесе бітеуішті алып тастыйды және арапасқан ерітіндісінің азғана мөлшерімен оны және аузын жуады (5.6). Жуу сұйықтығы шыны сауытқа ағуы үшін жууға арнылған құрылғыны пайдаланады (6.8). Егер шыны сауыттың төменгі жағында орналасқан қабаттар арасындағы ерітіндінің декантациясын женілдету үшін қабаттар арасындағы бөліну шекарасы шыны сауыт негізінің астыңғы жағында орналасса, ерітіндінің декантациясын женілдету үшін мұқият су қоса отырып, оны бұл деңгейден сәл жоғары көтеруге болады (1-ші Сурет).

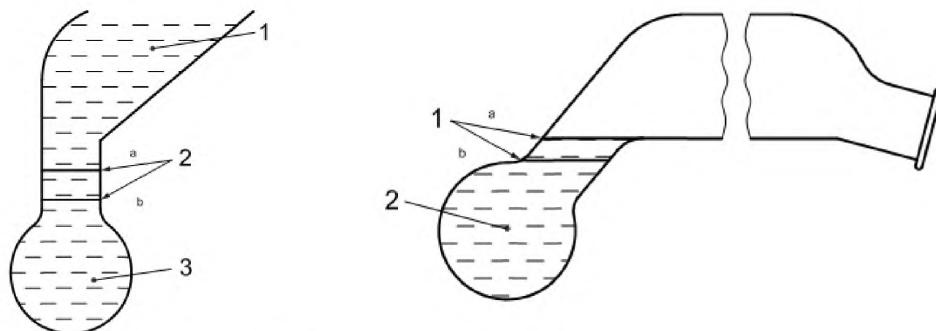
ҚР СТ ИСО 1211-2011

ЕСКЕРТПЕ 1 және 2 суретте ISO 3889-да суреттелген үш шыны сауыттың бірі таңдалған, алайда бұл басқа түрлердің арасында оның артықшылығын білдірмейді.

9.5.7 Үстауыш арқылы шыны сауытты ұстай отырып, айдау үшін шыны сауыттан немесе дайынған май жинау ыдысына коникалық шыны сауыттар үстінгі қабатты мұқият деканттейді (9.4) (1-ші суреттің ерітінділері). Кез келген су қабатының декантациясын қажет (2-ші сурет).

9.5.8 Аラласқан ерітіндінің аз ғана мөлшерімен шыны сауыты аузының сыртқы бетін шаяды (5.6). Жуу сұйықтығын май жинау ыдысына жинайды. Араласқан ерітіндінің шыны сауыттың сыртқы бетінен ағуын болдырмау қажет. Қажет болса, 9.5.12-де суреттегендегі айдау немесе буландыру кезінде май жинау ыдысынан еріткішті толық немесе жартылай жоюға балды.

9.5.9 Айыру шыны сауыттына 5 мл этанол (5.2) қосады. Этанолды пайдалана отырыпп, 9.5.2-де суреттегендегі шаяда. Егер алдында Конго қызыл ерітіндісі (5.3) қосылған болса, онда енді ерітіндіні қоспайды.



Шартты белгілер: 1 - еріткіш; 2 - бөлініс шекарасы; 3 - су қабаты
a - Екінші және үшінші айыру кезінде;
b - Бірінші айыру кезінде.

Шартты белгілер: 1 бөлініс шекарасы; 2 – су қабаты.

a – Екінші және үшінші айыру кезінде;
b – Бірінші айыру кезінде.

1-ші сурет – Декантациядан бұрын

2-ші сурет – Декантациядан кейін

9.5.10 Екінші айыруды 9.5.3 тен 9.5.7 дейінгі әрекеттерді қайталай отырып, 25 мл диэтил эфирінің орнына (5.4) тек қана 15 мл қосып, сонымен қатар 15 петролейн эфирін қосып (5.5) орындаиды. Қажет болса, бөлініс шекарасын шыны сауыт негізінің ортасына дейін кішкене ғана көтереді, еріткіштің декантациясын женілдету үшін (2-ші сурет) мұқият су қоса отырып (1-ші сурет).

9.5.11 Үшінші айыруды этил спиртін қоспай-ақ 9.5.3тен 9.5.7 дейінгі операцияларды қайталай отырып орындаиды.

Тек қана 15 мл диэтилэфирі (5.4) мен 15 мл петролей эфирі қолданылады (5.5). Қажет болса, бөлініс шекарасын шыны сауыт негізінің ортасына дейін кішкене ғана көтереді, еріткіштің декантациясын женілдету үшін (2-ші сурет) мұқият су қоса отырып (1-ші сурет).

Үшінші айыру май мөлшері салмақ үлесінен 0,5% кем сүт үшін жасалынбауы мүмкін.

9.5.12 Ерітінділерді (соның ішінде этанол) мүмкіндігінше толығымен шыны айыру сауытынан айдау арқылы жояды, егер айдау немесе коникалық шыны сауыттарды

пайдаланса, немесе буландыру арқылы жояды, егер стақан немесе тостақан пайдаланса (6.3). Айдау алында араласқан ерітіндінің азғана мөлшерімен (5.6) айдау немесе коникалық шыны сауыттарының аузын шаяды.

9.5.13 Май жинау шыны сауытын (айдау немесе коникалық шыны сауытты) көлденен (102 ±2) °C температурага кептіру шкафына орналастырады (6.4) және 1сағат үстайды (ерітінділердің буларының ұшып кетуі үшін).

Май жинау ыдысын кептіру шкафынан алғып шығады және бірден тексерді, май таза болады ма. Егер майда басқа қоспалар бар болса, онда барлық үрдісті қайталау қажет. Егер май таза болса, ыдысты шаңдан қорғап, өлшеу бөлмесінің температурасына дейін сұытады (май жинау шыны ыдысты – шамамен 1 сағат, металл тостақанды кем дегендे 30 минут). Май жинау ыдысын жартылай сұытууды болдырмау үшін және сұыту уақыттың тым ұзақ болуын болдырмау үшін экспикаторға орналастырмау қажет.

Май жинау ыдысын дәл өлшеу алдында сұрту қажет емес. Үйдисты таразыға (6.1) орнықтыру үшін ұстаушыларды пайдаланады (6.13). ыдысты 1,0 мг нақтылығымен өлшейді.

9.5.14 Май жинау шыны сауытын, айдау немесе коникалық шыны сауытты көлденен (102 ±2) °C температурага кептіру шкафына орналастырады (6.4) және 30 минут үстайды. Сұытады және 9.4.13де суреттегендегі қайтадан өлшейді. Қажет болса, келесі екі өлшеу арасындағы салмақ 1,0 мг дейін азайғанша немесе арта бастағанша жылтыруды және өлшеуді қайтадан қайталайды. Минималды салмақты май жинау ыдысының және айырып алынатын заттың салмағы ретінде тіркейді.

10 Нәтижелерді өндөу және ұсныну

10.1 Нәтижелерді өндөу

Ұлгіде май мөлшерін есептейді, w_f , (1) Формуласын пайдалана отырып ұлгінің салмақтық үлесінің пайызы ретінде көрсетілген:

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

мұндағы m_0 – сыналатын ұлгінің салмағы (9.2), г;

m_1 – май жинау ыдыстың және айырып алынған заттың салмағы, 9.5.14 бойынша анықталған, г;

m_2 – май жинау үшін дайындалған ыдыстың салмағы (9.4), г;

m_3 – бақылау тәжірибесінде пайдаланылатын май жинау ыдысының (9.3.1) және 9.5.14-те берілген айырып алынатын кез келген заттың салмағы, г;

m_4 – бақылау тәжірибесінде (9.3.1) колданылатын май жинау ыдысының салмағы (9.4), г.

10.2 Нәтижелердің білдірілмесі

Нәтижені екі ондық белгіге дейін жинақтайды.

11 Ұқсастық

11.1 Зертхана аралық анықтау

Ұқсастық әдісінің зертхана аралық анықтауының толықтығы [5] және [6] халықаралық стандарттарға сәйкес.

Зертхана аралық сынақтардың толық мәліметтері әдістің нақтылығы бойынша С және D қосымшаларында сәйкес берілген (сонымен қатар [8] сілтемесі). Қайталау мен

ҚР СТ ИСО 1211-2011

қайта орындау шектерінің мағыналары 95 %-дық сенім деңгейі үшін көрсетілген және концентрация саласы мен мәліметтерден өзгеше матрикалар үшін қолданылмайды.

11.2 Қайталану

Материалдың бірдей үлгісінің әртүрлі зертханаларда әртүрлі операторлармен әртүрлі құралдармен бір әдіс қолдану нәтижесінде алынған өлшемнің екі тәуелсіз нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылық қыска мерзім ішінде салмақтық үлестен 5 % жағдайлардан көп болмауы қажет:

- a) 0,031 % майсыздандырылған сиыр сүті үшін;
- b) 0,036 % май мөлшері төмен сиыр сүті үшін;
- c) 0,043 % тұтас сиыр сүті үшін;
- d) 0,030 % ешкі сүті үшін;
- e) 0,069 % қой сүті үшін.

11.3 Қайта орындалу

Материалдың бірдей үлгісінің әртүрлі зертханаларда әртүрлі операторлармен әртүрлі құралдармен бір әдіс қолдану нәтижесінде алынған өлшемнің екі тәуелсіз нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылық қыска мерзім ішінде салмақтық үлестен 5 % жағдайлардан көп болмауы қажет:

- a) 0,043 % майсыздандырылған сиыр сүті үшін;
- b) 0,042 % май мөлшері төмен сиыр сүті үшін;
- c) 0,056 % тұтас сиыр сүті үшін;
- d) 0,052 % ешкі сүті үшін;
- e) 0,096 % қой сүті үшін.

12 Сынактар протоколы

Сынактар протоколының құрамында кем дегенде келесі мәліметтер болуы қажет:

- a) үлгілердің толық сәйкестендірілуі үшін қажет болатын барлық ақпарат;
- b) егер белгілі болса, онда үлгілерді іріктеу әдісі;
- c) бұл стандартқа сүйене отырып қолданылған әдіс;
- d) бұл стандартта сипатталмаған немесе міндетті емес барлық бөлшектер, талдаудың нәтижелеріне әсер ететін болжанбаган кез келген жағдайлармен бірге;
- e) егер бақылау тәжірибесінде мағына 2,5 мг-тен көп болса, түзетулер енгізу;
- f) алынған нәтиже (лер); немесе ақырғы жарияланған нәтиже, егер қайталану орындалса.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Үрдістерге қатысты ескертпелер

A.1 Анықтаумен бірге орындалатын бақылау тәжірибесі (9.3.1)

Анықтау мен бірге жасалған бақылау тәжірибесін өткізу кезінде алынған мағына кез келген ұшпа емес заттың бар болуымен, сонымен қатар екі өлшеу кезінде таразы бөлмесінде кез келген атмосфералық өзгерістердің бар болуымен бірге сыналған үлгіден ($m_1 - m_2$) айырып алынған заттардың соңғы салмағын түзетуге мүмкіндік береді (9.5.14 және 9.4). бақылау үлгілерін пайдаланған кезде сынаққа арналған бірнеше үлгі үшін бос сауыт үлгілерді жинау сауытын соңғысаут тұрақты салмаққа дейін жеткенше сүйемелдейді.

Май мөлшерін есептеу үшін сыналатын үлгіні кептіру цикліне сәйкес болатын бос ыдыс салмағын пайдаланады [яғни n кептіру циклінде турақты салмаққа жеткен сынақ ыдысы үшін n кептіру циклінде бос салмақты пайдаланады; кептіру циклі үшін ($n + 1$) кептіру циклінің бос салмағын ($n + 1$) пайдаланады және т.б. (9.3.1)].

Колайлыш шарттарда, реактивтер бойынша бақылау тәжірибеде тәмен мағына сияқты, өлшеуді жасау үшін бөлмедегі тұрақты температурасы, май жинау ыдысының сұйтуы үшін жеткілікті уақыт, әдетте мағына 1,0 мг тәмен және қалыпты анықтаулар жағдайында есептеулер жасалған кезде есепке алына алмайды. Біраз көтерілген мағыналарды (он немесе теріс) 2,5 мг дейін де есепке алмайды. Мұндай мағыналардың түзетілуінен кейін нәтижелер нақты болады. Егер 2,5 мг артық түзетулер енгізілсе, онда бұл сынақ протоколнда белгіленуі қажет (12-ші бөлім).

Егер бақылау тәжірибесінде алынған мән әрдайм 1,0 мг асса, онда реактивтер тексерілуі қажет. Қоспалары бар кез келген реактивтер алмастыру және тазарту қажет (9.3.2 и A.2).

A.2 Реактивтерді тексеру үшін бақылау тәжірибесі (9.3.2)

Бақылау тәжірибені өткізген кезде салмакты бақылау үшін мұндай май жинау ыдысы пайдалануы қажет, таразы бөлменің атмосфералық шарттарының өзгеруінен немесе реагенттердің экстрактыда ұшпалы емес заттар болмағандықтан. Осындай май жинау ыдысы тенестіретін ыдыс ретінде қолдануы мүмкін, егер екі тостақаны бар таразы пайдаланылса. Теріс жағдайда май жинау ыдысы салмағының ауытқуы ($m_3 - m_4$ в 10.1) есептелуі қажет, егер бақылау тәжірибесінде май жинау ыдысының салмағы тексерілсе. Сол себепті бақылау әдісі кезінде май жинау ыдысының сыйымдылық салмағының өзгеруі 1,0 мг артық болмауы қажет.

Ерітінділердің құрамында майда берік сакталған ұшпа заттары болуы мүмкін. Егер мұндай заттардың болуын дәлелдейтін индикаторлар болса, май жинау үшін ыдысты және шамамен 1 г сусыз сұт майын пайдалана отырып барлық реактивтер үшін және әрбір ерітінді үшін бақылау тексеруін орындау қажет. Егер қажет болса, ерітінділерді 100 мл ерітіндігে 1 г сусыз сұт майымен қайтадан айдайды. Ерітінділерді екінші айдаудан кейін бірден пайдалану қажет.

A.3 Тотықтардың бар болуына қатысты зерттеулер

Тотықты зерттеу үшін алдымен эфирмен жуылған берік кептелген тығыны бар кіші шыны цилиндрдің ішіндегі 10 мл диэтил эфирине (5.4) жаңа жасалған концентрациясы 100

ҚР СТ ИСО 1211-2011

г/л йодид калий ерітіндісінің 1 мл қосады. Цилиндрді сілкейді және 1 минутқа қалдырады. Сонымен бірге диэтил қабаты сарғаймауы қажет.

Тотықтарды анықтау үшін басқа да тәсілдер қолданылуы мүмкін.

Диэтил эфирі тотықтардан бос екеніне кепілдік бері үшін диэтил эфирін келесі жолмен өндеду қажет.

Цинк фольгасын кесінділерге кеседі, олармен диэтил эфирі бар үлкен шыны ыдысты жартылай толтырады, ол үшін 1 литр диэтил эфиріне шамамен 8000 мм^2 фольга пайдаланылады.

Пайдалану алдында фольганың кесінділерін 1 минутқа толығымен 1 літрге 10 г бессулы сульфат мыс (ІІ) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) пен 2 мл концентрленген құқірт қышқылы (салмак үлесі 98 %) бар ерітіндіге батырады. Кесінділерді мұқият толығымен сумен жуады, мыспен қапталған су кесінділерді диэтил эфирі бар үлкен шыны сауытқа орналастырады және кесінділерді сонда қалдырады.

Басқа тәсілдер қолданылуы мүмкін, егер олар анықтау нәтижелеріне әсер етпесе.

A.4 Этанол

Этанол, метанол емес, басқа бір тәсіл арқылы денатурирленген, денатурат анықтай нәтижелеріне әсер етпейтін жағдайда ғана қолданылуы мүмкін.

**В қосымшасы
(ақпараттық)**

**Сифоны бар майсыздандырылған құбырлар мен жуу жабдықтарын пайдалану
арқылы балама үрдістер**

B.1 Жалпы ережелер

Егер майды жою үшін сифоны бар тұтіктер немесе жуу үшін жабдықтар колданылса, бұл қосымшада суретtelген әдісті пайдалану қажет. Тұтіктердің сапасы жаксы қабықша тығындары немесе 6.6 (Мысал B.1 суретінде берілген) сипатталған стопорлары болуы қажет.

B.2 Әдістеме

B.2.1 Сынақтан өтетін үлгін дайындау
8-ші Бөлім.

B.2.2 Сынақтан өткізілетін үлгі

9.2 суретtelгендей майды айырып алу үшін тұтіктерді пайдалана отырып дайындауды (6.6 және B.1 Ескертпе). Сыналатын үлгі майдың айырып алынуы үшін тұтіктің түбіне орнатылуы қажет.

B.2.3 Бақылау тәжірибесі

9.3 және A.1.

B.2.4 Майды жинау үшін ыдыс дайындау

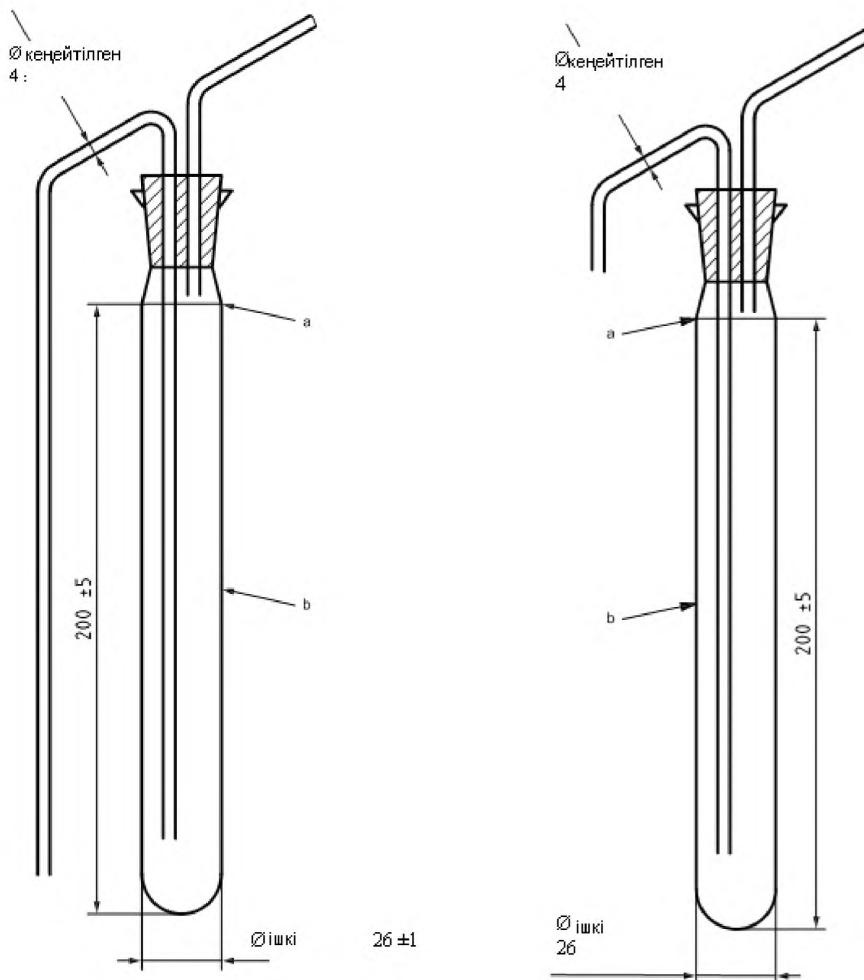
9.4.

B.2.5 Анықтама

B.2.5.1 Өлшемдерді бірден жсайды.

B.2.5.2 10 мл этанол қосады (5.2). Абайлып, бірақ майды айырып алу үшін тұтікте қоспамен мұқият араластырады. Қажет болса Конго қызыл ерітіндісінің 2 тамшысын қосады (5.3).

B.2.5.3 25 мл диэтил эфирін қосады (5.4). Майды айырып алу үшін тұтікті су сінген тығынмен немесе суланған стопормен жабады (6.6). тұтікті катты сілкейді, бірақ 1 минуттың ішінде бірнеше рет катты бұрамайды, ауыр эмульсияның пайда болуын болдырмау үшін. Қажет болса, ағын суға тұтікті сұытады. Мұқият тығынды немесе сторды алып тастайды және оны және тұтіктің аузын аз мелшерде араластырылған ерітіндімен жуады (5.6). Жуу үшін арнайы құрылғыларды пайдаланады (6.8), жуу сұйықтығы тұтікке ағуы үшін.



(1 сез – кенейтілген
a) Сифон құрылғысы бар

2 сез – ішкі)
b) Жуу ыдысы құрылғысы бар

- a) Жойылған арматурамен берілген деңгейге дейін сыйымдылық (105 ± 5) мл.
b) Қабырға қалындығы $(1,5 \pm 0,5)$ мм.

B.1 суреті - Майды айырып алу үшін тұтіктердің мысалдары

B.2.5.4 25 мл петролей эфирін қосады (5.5). Майды айырып алу үшін қайталанып суланған (суга батырылған) тығынмен немесе стопормен тұтікті жабады. B.2.5.3-те суреттегендегі 30 секундтың ішінде тұтікті мұқият сілкейді.

B.2.5.5 Радиалды жылдамдығы 80 г/ден 90 г/минуттан 5 минутқа дейінгі уақыттың ішінде майды айырып алу үшін жабық трубканы центрифугтайды. Егер

центрифугтайды жасауға мүмкіндік болмаса (6.2), су қабатындан бөлінген қалқып шыққан қабат пайда болғанша дейін кем дегенде 30 минут бұрын жабық трубканы түреуіште калдырады (6.7). Қажет болса, трубканы бөлме температурасына дейін ағын суға сұытады.

B.2.5.6 Тығынды немесе бітеуішті мұқият алып шығады және майды айырып алу үшін оны немесе оның аузын араластырылған ерітіндінің аз бөлігімен жуады (5.6). Жуу сауытын пайдаланады (6.8.), яғни түтіктे шыныны жуу үшін.

B.2.5.7 Сифон құрылғысын немесе жуу құралын түтікке орналастырады. Қабаттардың арасындағы бөлініс шепті шамамен 4 мм-ден жоғары болған кезге дейін құрылғының ұзын ішкі трубкасын басады. Құрылғының ішкі трубкасы май айыру түтігінің ось сызығына параллельді болуы қажет.

Майды айыру түтігінен үстінгі қабатты құрамында қайнатуды жөнелдеттін материалдары бар (6.10) май ыдысына мұқият тасымалдайды (9.4), егер айыру және коникалық шыны сауыттар қолданылса (міндетті емес). Кез келген су қабатының жөнелтілуін болдырмайды.

ЕСКЕРТПЕ Устінгі қабатты май айыру түтігінен мысалыға, қысым жасау үшін қыска өзекке бекітілген резенке грушаны пайдалана отырып алуға болады.

B.2.5.8 Май айыру түтігінің аузынан құрылғыны алып тастанады. Арматураны кішкене ғана жоғары көтереді және араласқан ерітіндінің аз мөлшерімен оның ұзын езігінің төменгі жағын жуады (5.6). Құрылғыны төмен түсіреді және қайтадан орнатады және май жинастын ыдысқат жуу сүйкіткішін тасымалдайды. Май жинағыш жуу сүйкіткішін жинай отырып қайтадан араласқан ерітіндінің аз мөлшерімен құрылғының шығу тесігін жуады. Қажет етілсе 9.5.12 суретtelгендей айырумен немесе буландырумен май жиналатын ыдыстап ерітіндін толығымен немесе жартылай алып тастанады.

B.2.5.9 Қайтадан құрылғыны аузынан алып тастанады. Құрылғыны аз ғана көтереді және май айыру түтігінің ішіндегісіне 5 мл этанол қосады. Этанолды пайдалана отырып құрылғының ұзын ішкі трубкасын жуады. B.2.5.2 бойынша араластырады.

B.2.5.3 дең B.2.5.8 дейін суретtelгендей әрекеттерді қайталай отырып B.2.5.10 екінші айыруды орындайды. 25 мл орнына тек қана 15 мл диэтил эфирі (5.4) мен 15 мл петролейн эфирін пайдаланады. Бұрын жасалған айырудан кейін құрылғының ұзын ішкі трубкасын жуу үшін диэтил эфирін пайдаланады.

B.2.5.11 Үшінші экстракцияны этанолды қоспай-ақ жасайды, B.2.5.3ден бастап B.2.5.8ге дейінгі әрекеттерді қайталай отырып. Тек қана 15 мл диэтил эфирі және 15 мл петролейн эфирі қолданылады. құрылғының ұзын ішкі құбырын жуу үшін B.2.5.10 суретtelгендей диэтил эфирін колданады.

Май мөлшері салмақ мөлшерінен 0,5% кем болған сүт үшін үшінші экстракцияны өткізбеуге болады.

B.2.5.12 9.5.12 дең 9.5.14 дейін анықтамаларды жалғастырады.

**С қосымшасы
(ақпараттық)**

Шикі сүт бойынша зертханалар аралық сынақтар

C.1 Жалпы ережелер

Біріккен халықаралық сынақтар 2005 жылы желтоқсан айында өткізілді [8], құрамына 13 елден 19 зертхана кіреді. Сынак сүттің әр бір түрі бойынша 12 жұп еркін бақылау үлгілерінде өткізілді, құрамында:

a) майсыздандырылған сүттің үш жұп үлгісі, май мөлшері $w_f < 0,5 \text{ г} / 100 \text{ г}$ шамасында;

b) май мөлшері тәмен сүттің үш жұп үлгісі, май мөлшері $0,5 \text{ г} / 100 \text{ г} \leq w_f \leq 2 \text{ г} / 100 \text{ г}$ шамасында;

c) алты жұп шикі сүттің үлгілеріндегі май мөлшері $3 \text{ г} / 100 \text{ г} \leq w_f \leq 6 \text{ г} / 100 \text{ г}$ шамасында. Сынақ Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия тараалынан ұйымдастырылған.

Альянс нәтижелер [5] мен [6] сәйкес статистикалық талдау объектісі болып табылды, сәйкес C.1, C.2 және C.2 кестелерінде берілген.

C.2 Сынақ нәтижелері

C.1 кесте – Майсыздандырылған сүт үшін берілген нәтижелер

Параметрлер	Үлгі			Жалпы орташа ^{a)}
	3	12	1	
Тасталындылардың жойылуынан кейін жұмыс істеген зертханалар саны	11	10	11	-
Орташа мағына г/100 г	0,222	0,336	0,487	0,348
Кайталанудың стандарттық ауытқулары, s_r , г/100 г	0,011	0,010	0,012	0,011
Кайталанудың шекаралары r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,030	0,028	0,034	0,031
Кайталану түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V, r}$, %	13,7	8,3	7,0	8,9
Іске қосудың стандарттық ауытқулары, s_R , г/100 г	0,018	0,010	0,017	0,016
Іске қосудың шекаралары R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,051	0,028	0,047	0,043
Іске қосу түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V, R}$, %	23,0	8,5	9,6	12,5

^{a)} Орташа мағыналар тек қана жойылған тасталындылары бар іріктемелердің қолданылуымен ғана есептелген. Басқа статистикалық орташа ауытқу квадратының орташа мағынасының квадратты түбірінен есептелген.

С.2 кесте – Май мөлшері төмен сүт үшін берілген нәтижелер

Параметрлер	Үлгі			Жалпы орташа ^{a)}
	7	6	2	
Тасталындылардың жойылуынан кейін жұмыс істеген зертханалар саны	11	11	11	—
Орташа магына г/100 г	0,561	1,368	2,039	1,323
Қайталанудың стандарттық ауытқулары, s_r , г/100 г	0,011	0,011	0,016	0,013
Қайталанудың шекаралары r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,031	0,032	0,044	0,036
Қайталану түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,r}$, %	5,5	2,4	2,2	2,7
Іске қосудың стандарттық ауытқулары, s_R , г/100 г	0,016	0,013	0,016	0,015
Іске қосудың шекаралары R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,044	0,036	0,045	0,042
Іске қосу түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,R}$, %	7,8	2,6	2,2	3,2

^{a)} Орташа магыналар тек қана жойылған тасталындылары бар іріктемелердің қолданылуымен ғана есептелген. Басқа статистикалық орташа ауытқу квадратының орташа магынасының квадратты түбірінен есептелген.

С.3 кесте – Тұтас сүт үшін берілген нәтижелер

Параметрлер	Үлгі						Жалпы орташа ^{a)}
	9	5	10	4	11	8	
Тасталындылардың жойылуынан кейін жұмыс істеген зертханалар саны	10	11	10	11	9	11	—
Орташа магына г/100 г	3,032	3,287	4,052	4,305	5,503	5,825	4,334
Қайталанудың стандарттық ауытқулары, s_r , г/100 г	0,010	0,017	0,011	0,022	0,014	0,013	0,015
Қайталанудың шекаралары r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,028	0,047	0,031	0,063	0,040	0,038	0,043
Қайталану түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,r}$, %	0,9	1,4	0,8	1,5	0,7	0,7	1,0
Іске қосудың стандарттық ауытқулары, s_R , г/100 г	0,014	0,021	0,013	0,025	0,015	0,025	0,020
Іске қосудың шекаралары R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,040	0,059	0,037	0,071	0,043	0,069	0,056
Іске қосу түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,R}$, %	1,3	1,8	0,9	1,7	0,8	1,2	1,3

^{a)} Орташа магыналар тек қана жойылған тасталындылары бар іріктемелердің қолданылуымен ғана есептелген. Басқа статистикалық орташа ауытқу квадратының орташа магынасының квадратты түбірінен есептелген.

**Д қосымшасы
(ақпараттық)**

Шикі қүйіндегі қой сүті және шикі қүйіндегі ешкі сүтінің зертханалар аралық сынақтар

D.1 Жалпы ережелер

Біріккен халықаралық сынақтар 2006 жылы қарашада өткізілді [8], құрамына тогызылғанда 16 зертхана кіреді. Сынақ сүттің әр бір түрі бойынша 6 жұп еркін бақылау үлгілерінде өткізілді. Қой сүтінің үлгілерінде 100 г. 4,5 г. майдан, 100 г. 8,5 майға дейін құрады; ешкі сүтінің үлгілерінің құрамында май мөлшері 100 г. 1,5тен 100 г. 5,0 дейін болды.

Сынақтар Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия тарарапынан ұйымдастырылды.

Алынған нәтижелер [5] мен [6] сәйкес статистикалық талдау объектісі болып табылды, сәйкес D1 және D.2 кестелерінде берілген.

D.2 Сынақ нәтижелері

D.1 кестесі – Қой сүті үшін берілген нәтижелер

Параметрлер	Үлгі						Жалпы ортша ^{a)}
	9	5	10	4	11	8	
Тасталындылардың жойылуынан кейін жұмыс істеген зертханалар саны	14	12	13	14	12	14	—
Орташа мағына г/100 г	6,492	4,497	5,554	8,334	7,312	7,877	6,678
Қайталанудың стандарттық ауытқулары, s_r , г/100 г	0,032	0,022	0,013	0,032	0,012	0,028	0,025
Қайталанудың шекаралары r (2,8 · s_r), г/100 г	0,090	0,062	0,038	0,090	0,033	0,078	0,069
Қайталану түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,r}$, %	1,4	1,4	0,7	1,1	0,4	1,0	1,0
Іске қосудың стандарттық ауытқулары, s_R , г/100 г	0,044	0,022	0,033	0,042	0,025	0,033	0,034
Іске қосудың шекаралары R (2,8 · s_R), г/100 г	0,123	0,062	0,091	0,119	0,069	0,092	0,096
Іске қосу түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,R}$, %	1,9	1,4	1,6	1,4	0,9	1,2	1,4

^{a)} Орташа мағыналар тек кана жойылған тасталындылары бар іріктемелердің колданылуымен ғана есептелген. Басқа статистикалық орташа ауытқу квадратының орташа мағынасының квадратты түбірінен есептелген.

D.2 кесте – Ешкі сұті үшін берілген нәтижелер

Параметрлер	Үлгі						Жалпы орташа ^{a)}
	1	2	3	4	5	6	
Тасталындылардың жойылуынан кейін жұмыс істеген зертханалар саны	12	14	12	14	14	13	—
Орташа мағына г/100 г	3,017	1,542	4,870	2,200	4,405	3,673	3,285
Қайталанудың стандарттық ауытқулары, s_r , г/100 г	0,008	0,012	0,011	0,008	0,012	0,010	0,011
Қайталанудың шекаралары r (2,8 · s_r), г/100 г	0,023	0,035	0,031	0,023	0,035	0,029	0,030
Қайталану түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,r}$, %	0,7	2,3	0,6	1,1	0,8	0,8	0,9
Іске қосудың стандарттық ауытқулары, s_R , г/100 г	0,017	0,018	0,020	0,019	0,023	0,015	0,019
Іске қосудың шекаралары R (2,8 · s_R), г/100 г	0,048	0,051	0,055	0,053	0,063	0,042	0,052
Іске қосу түрлендірмесінің коэффициенті, $C_{V,R}$, %	1,6	3,3	1,1	2,4	1,4	1,1	1,6

^{a)} Орташа мағыналар тек қана жойылған тасталындылары бар іріктемелердің қолданылуымен ғана есептелген. Басқа статистикалық орташа ауытқу квадратының орташа мағынасының квадратты түбірінен есептелген.

Библиография

- [1] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products. Guidance on sampling (Сүт және сүт өнімдері. Үлгі алу бойынша нұсқаулық).
- [2] ISO 835 Laboratory glassware. Graduated pipettes (Шыны зертханалық ыдыс. Градуирленген тамшыры).
- [3] ISO 1042 Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Шыны зертханалық ыдыс. Бір таңбасы болған өлшеу шыны сауыттары).
- [4] ISO 4788 Laboratory glassware. Graduated measuring cylinders (Шыны зертханалық ыдыс. Градуирленген өлшеу цилиндрлері).
- [5] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions (Әдістер (нақталақ және маңыздылық) дәлдігі мен өлшем нәтижелері. 1-ші бөлім. Жалпы ережелер мен анықтамалар).
- [6] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Әдістер (нақталақ және маңыздылық) дәлдігі мен өлшем нәтижелері. 2-ші бөлім. Стандартты өлшеу әдісінің қайталануы мен жұмыс істеуін анықтаудагы негізгі әдіс).
- [7] ISO 7208/IDF 22, Skimmed milk, whey and buttermilk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method) (Сепарациядан өткен сүт, іркіт және майсу. Май мөлшерін анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Стандартты әдіс)).
- [8] International dairy federation. Interlaboratory collaborative studies on reference method ISO 1211/DF 1 for the determination of the fat content in cow milk, sheep milk and goat milk. Bull. Int. Dairy Fed. 2009, (439), pp. 1-34 (Халықаралық сүт федерациясы. Сиыр сүтінде, кой сүті мен ешкі сүтінде май мөлшерін анықтау үшін ISO 1211/IDF 1 бақылай әдісі арқылы зертханалар аларық біріккен зерттеулер. Халықаралық сүт федерациясының бюллетені, 2009 ж, (439), 1-34 бет).

Түйінді сөздер: сүт, шикі күйіндегі сиыр сүті, шикі күйіндегі қой сүті, шикі күйіндегі ешкі сүті, май мөлшері төмен сүт, майсыздандырылған сүт, химиялық жолмен консервілген сүт, өндөлген сұйық сүт, сүттегі май мөлшері



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**МОЛОКО
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)**

СТ РК ИСО 1211-2011

ISO 1211:2010 «Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)», (IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и
новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии», Техническим комитетом по стандартизации № 69 «Инновационные технологии инфраструктуры»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 17 ноября 2011 года № 623-од

3 Настоящий стандарт идентичен ISO 1211-2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method) (ISO 1211 Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)). Официальной версией является текст на государственном и русском языках

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 34 Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5 Молоко и молочные продукты, совместно с IDF и ISO

Перевод с английского языка (еp)

Степень соответствия – идентичная, IDT

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2016 год
5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без решения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает эталонный метод для определения содержания жира в молоке хорошего физико-химического качества.

Метод применим к сырому коровьему молоку, сырому овечьему молоку, сырому козьему молоку, молоку с пониженным содержанием жира, обезжиренному молоку, молоку, консервированному химическими веществами, и переработанному жидкому молоку.

Метод не применим, когда требуется большая точность для обезжиренного молока, например, для установления эффективности работы молочных сепараторов.

ПРИМЕЧАНИЕ [7] указывает специальный метод, применимый для продуктов из обезжиренного молока.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

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.

ISO 3889:2006* / IDF 219 Milk and milk products. Specification of Mojonnier-type fat extraction flasks (Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Колбы типа Можонье для экстракции жира).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Нормативные документы по стандартизации», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ 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 применяется следующий термин с соответствующим определением:

Содержание жира в молоке (fat content of milk): Массовая доля веществ, определенная по методу, описанному в настоящем стандарте.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира выражается как массовая доля, в процентах.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

СТ РК ИСО 1211-2011

4 Сущность метода

Аммиачно-спиртовой раствор испытуемой пробы экстрагируют с помощью диэтилового эфира и петролейного эфира. Растворители удаляют перегонкой или выпариванием. Определяют массу экстрагируемых веществ.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод известен как принцип Розе-Готлиба.

5 Реактивы

Применяют реактивы только установленной аналитической квалификации и дистиллированную или деминерализованную воду эквивалентной чистоты.

Реактивы не должны оставлять значительные осадки при проведении определения по 9.3.2.

5.1 Раствор аммиака, массовая доля NH_3 приблизительно 25 % [$\rho_{20} = 910 \text{ г/л}$].

ПРИМЕЧАНИЕ Если нет в наличии аммиачного раствора такой концентрации, можно использовать более концентрированный раствор (9.5.1).

5.2 Этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола минимум 94 % (A.4).

5.3 Раствор Конго красный

Растворяют 1 г реактива Конго красного ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл (6.14). Разбавляют до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Применение данного раствора, который позволяет четко видеть границу раздела между слоями растворителя и воды, необязательно (9.5.2). Могут применяться другие водные цветные растворы, если они не оказывают влияния на результат определения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Конго красный является канцерогенным.

5.4 Диэтиловый эфир ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$), свободный от перекисей (A.3), и удовлетворяющий требованиям контрольного опыта (9.3.2 и A.2).

ПРИМЕЧАНИЕ Применение диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Необходимо соблюдать меры предосторожности при обращении, применении и удалении.

5.5 Петролейный эфир, с диапазоном кипения температур от 30 °C до 60 °C, в качестве эквивалента, пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) с температурой кипения 36 °C, удовлетворяющий требованиям контрольного опыта (9.3.2, A.1 и A.2).

5.6 Растворитель смешанный. Перед применением смешать в равных объемах диэтиловый эфир (5.4) и петролейный эфир (5.5).

6 Аппаратура

ПРИМЕЧАНИЕ Вся работающая электрическая аппаратура должна соответствовать правилам безопасности при использовании таких растворов, так как при определении используются огнеопасные летучие растворители.

6.1 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 1 мг, с ценой деления шкалы 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная удерживать колбы для экстрагирования жира или пробирки (6.6), с частотой вращения от 500 мин^{-1} до 600 мин^{-1} с радиальным ускорением от 80 г до 90 г с наружной стороны колб или пробирок.

Применение центрифуги не обязательно, но рекомендовано (9.5.5).

6.3 Аппарат для перегонки или выпаривания, для перегонки растворителей и этанола из колбы для перегонки или конической колбы, или выпаривания из стаканов или чаш (9.5.12) при температуре не выше 100 °C.

6.4 Шкаф сушильный электрический, с открытыми вентиляционными отверстиями, поддерживающий в его рабочей области температуру (102 ± 2) °C.

Шкаф должен быть оснащен подходящим термометром.

6.5 Водяная баня, поддерживающая температуру от 35 °C до 40 °C.

6.6 Колбы Можонье для экстрагирования жира, согласно ISO 3889.

ПРИМЕЧАНИЕ Возможно применять пробирки для экстрагирования жира, с сифоном или приспособлением для промывания, но в этом случае методика будет отличаться. Альтернативная методика описана в Приложение В.

Колбы для экстрагирования(экстракции) жира должны быть снабжены корковыми пробками хорошего качества или стопорами из других материалов (например, силиконовая резина или полиэтилентерефталат (PTFE)), не взаимодействующих с применяемыми реагентами. Корковые пробки должны быть обработаны диэтиловым эфиром (5.4), выдержаны в воде при температуре 60 °C или более, в течение, не менее 15 минут, и затем охлаждены в воде для насыщения водой перед использованием.

6.7 Подставка, удерживающая колбы (или пробирки) для экстрагирования жиров (6.6).

6.8 Приспособление для промывания, подходящее для применения смешанных растворителей (5.6). Не следует использовать пластмассовые приспособления для промывания.

6.9 Емкости для сбора жира, такие как колбы для перегона (плоскодонные) вместимостью от 125 мл до 250 мл, конические колбы вместимостью 250 мл или металлические чаши.

Если применяются металлические чаши, они должны быть изготовлены из нержавеющей стали, плоскодонные с диаметром от 80 мм до 100 мм и высотой приблизительно 50 мм.

6.10 Материал, облегчающий кипение, обезжиренный, из непористого фарфора, кремниевого карбида или стекла. Их применение не обязательно.

6.11 Цилиндры мерные вместимостью 5 мл и 25 мл, [4] класс А, или любой другой аппарат, соответствующий для указанного продукта.

6.12 Пипетки градуированные вместимостью 10 мл, [2] класс А.

6.13 Держатели, изготовленные из металла, для удержания колб, лабораторных стаканов и чаш.

6.14 Колбы мерные с одной меткой, вместимость 100 мл, [3] класс А.

7 Отбор проб

В настоящем стандарте процедура отбора проб не описана. Рекомендуемый метод отбора проб указан в [1].

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая действительно является представительной и не была повреждена во время транспортировки или хранения.

Пробы хранят с момента отбора при температуре от 2 °C до 6 °C.

8 Подготовка пробы для испытания

Испытуемую пробу нагревают до температуры (38 ± 2) °C на водяной бане (6.5). Осторожно перемешивают пробу, не вызывая всепенивания или взбалтывания молочного жира. Быстро охлаждают пробу до температуры (20 ± 2) °C.

СТ РК ИСО 1211-2011

Если однородные пробы могут быть получены без предварительного подогрева (например, пробы обезжиренного молока), пробу для испытания доводят до температуры $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и осторожно перемешивают, многократно переворачивая колбу для проб.

Действительное значение содержания жира нельзя получить, если:

- a) произошло сбивание молочного жира;
- b) четко ощущим явный запах свободных жирных кислот;

ПРИМЕЧАНИЕ Козье молоко естественно содержит низкий уровень свободных жирных кислот, которые не полностью извлекаются этим методом.

c) если во время или после подготовки пробы на стенках колбы с пробой видны белые частицы или на поверхности пробы плавают жирные капли.

9 Процедура

9.1 Общие положения

Для проверки методики на соответствие пределу повторяемости (11.2), выполняют два определения в соответствии с 9.2 - 9.5.

ПРИМЕЧАНИЕ Альтернативная методика с использованием пробирок для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания (Примечание к 6.6) приведена в Приложении В.

9.2 Испытуемая проба

Перемешивают пробу согласно Разделу 8 осторожно переворачивая флакон три или четыре раза. Незамедлительно взвешивают от 10 г до 11 г испытуемой пробы непосредственно или путем вычитания в колбе для экстракции жира (6.6) с точностью до 1 мг.

Переносят пробу по возможности полностью в малый сосуд колбы для экстрагирования жира.

9.3 Контрольные испытания

9.3.1 Контрольные испытания для проверки метода

Контрольные испытания выполняют одновременно с анализом пробы, используя тот же метод и те же реагенты, но заменяя испытуемую пробу в 9.2 на 10 мл воды (A.1).

Когда анализируется партия проб для испытания, число циклов сушки может отличаться между различными пробами. Если используется бланковая пробы для всей партии, необходимо убедиться, что значение для бланковой пробы, используемое в расчете содержания жира любой отдельной пробы, было получено в тех же условиях, что и отдельная пробы для испытания.

Если значение, полученное, при проведении контрольного испытания, постоянно превышает 1,0 мг, следует проверить реагенты (9.3.2). Поправки более 2,5 мг должны быть отмечены в протоколе испытаний.

9.3.2 Контрольные испытания для проверки реагентов

Для проверки качества реагентов выполняют контрольные испытания по 9.3.1. Дополнительно используют пустую емкость для сбора жира, подготовленную по 9.4, с целью контроля массы. Реагенты не должны оставлять осадок более 1,0 мг (A.2).

Если масса осадка в контролльном опыте больше 1,0 мг, необходимо определить количество осадка растворителей отдельно путем перегонки 100 мл диэтилового эфира (5.4) и петролейного эфира (5.5) соответственно. Для получения действительной массы осадка, которая должна быть не более 1,0 мг, используют пустую емкость для сбора жира, подготовленную для контрольных целей как описано выше.

Заменить некачественные реагенты, растворители или реагенты после повторной перегонки.

9.4 Подготовка сборников для жира

Сушат емкость для сбора жира (6.9) с добавлением материала, облегчающего кипения (6.10) в сушильном шкафу(6.4), при температуре (102 ± 2) °C в течение 1 часа.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Материалы, облегчающие кипение, необходимы, чтобы поддерживать плавное кипение во время последующего удаления растворителей, особенно если используются стеклянные емкости для сбора жира.

Следует защитить емкость для сбора жира от пыли и охладить до температуры весовой комнаты. Стеклянную емкость для сбора жира - не менее 1 час, металлическую чашу – не менее 30 минут. Не следует помещать емкость для сбора жира в эксикатор, чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерно длительного времени охлаждения.

Для размещения емкости для сбора жира на весы используют держатели (6.13). Емкость для сбора жира взвешивают с точностью до 1,0 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Предпочтительно использовать держатели, чтобы избежать, в частности, температурных измерений.

9.5 Определение

9.5.1 Выполняют определение в период 1 часа с момента взвешивания пробы.

Добавляют в колбу для экстрагирования жира (9.2) к испытуемой пробе 2 мл раствора амиака (5.1), или эквивалентный объем более концентрированного раствора амиака (5.1). Тщательно перемешивают с испытуемой пробой в малом сосуде колбы для экстрагирования.

9.5.2 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно перемешивают, чтобы содержимое колбы для экстрагирования текло в прямом и обратном направлении между малым и большим сосудом. Избегать попадания жидкости близко к горлышку колбы. По желанию, можно добавить 2 капли раствора Конго красного (5.3).

9.5.3 Добавляют 25 мл дистиллового эфира (5.4). Закрывают колбу корковой пробкой, смоченной водой (6.6). Встряхивают в течение 1 минуты, но не сильно, чтобы избежать образования стойких эмульсий.

Во время встряхивания, следует держать колбу для экстрагирования жира в горизонтальном положении с малым сосудом, направленным вверх, периодически давая возможность жидкости перетекать из большого сосуда в малый. При необходимости охлаждают колбу в проточной воде до комнатной температуры. Аккуратно достают пробку и промывают ее и горлышко колбы небольшим количеством растворителя смешанного по 5.6. Используют приспособление для промывания (6.8) для того, чтобы промывная жидкость стекала в колбу.

9.5.4 Добавляют 25 мл петролийного эфира (5.5). Закрывают колбу для экстрагирования повторно увлажненной пробкой или заглушкой. Осторожно смешивают в течение 30 секунд, как описано в 9.5.3.

9.5.5 Центрифицируют закрытую колбу в течение от 1 минуты до 5 минут с ускорением от 80 г до 90 г. Если нет центрифуги (6.2), следуют поставить закрытую колбу на подставку (6.7), и выдержать 30 минут до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от слоя воды.

9.5.6 Аккуратно снимают пробку или заглушку, и ополаскивают ее и горловину колбы небольшим количеством растворителя смешанного (5.6). Используют промывную склянку таким образом (6.8), чтобы запустить воду, оставшуюся после полоскания, в колбу. Если граница находится ниже нижней части стержня колбы, ее поднимают немного выше этого уровня, осторожно добавляя воду вниз по стороне колбы (см. Рисунок 1) для облегчения слива растворителя.

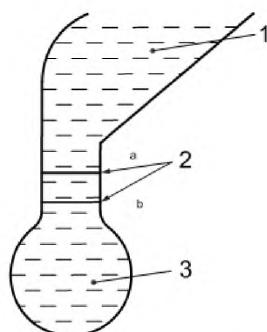
СТ РК ИСО 1211-2011

ПРИМЕЧАНИЕ На Рисунках 1 и 2 выбран один из трех типов колб, описанных в ISO 3889, но это не означает его преимущества перед другими типами.

9.5.7 Удерживая колбу с помощью держателя, тщательно декантируют поверхностный слой из колбы для перегонки или конической колбы в приготовленную емкость для сбора жира (9.4) (растворитель, Рисунок 1). Необходимо избегать декантации какого-либо водного слоя (Рисунок 2).

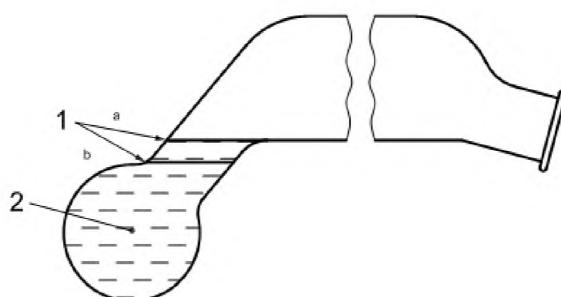
9.5.8 Ополаскивают наружную поверхность горловины колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Промывную жидкость собирают в емкость для сбора жира. Необходимо избегать растекания смешанного растворителя по наружной поверхности колбы. По желанию, можно удалить растворитель или его часть из емкости для сбора жира при перегонке или выпаривании, как описано в 9.5.12.

9.5.9 Добавляют 5 мл этанола (5.2) к содержимому колбы для экстрагирования. Используя этанол ополаскивают по 9.5.2. Если ранее был добавлен раствор Конго красный (5.3), то раствор больше не добавляют.



Условное обозначение: 1 - растворитель; 2 - граница раздела; 3 - слой воды
a - При второй и третьей экстракции;
b - При первой экстракции.

Рисунок 1 - Перед сливом



Условное обозначение: 1 - граница раздела;
2 - слой воды.
a - При второй и третьей экстракции;
b - При первой экстракции.

Рисунок 2 - После слива

9.5.10 Второе экстрагирование выполняют, повторяя операции с 9.5.3 по 9.5.7 и добавляя вместо 25 мл диэтилового эфира (5.4) только 15 мл, а также 15 мл петролейного эфира (5.5). При необходимости слегка поднимают границу раздела до середины основания колбы, осторожно добавляя воду (Рисунок 1), чтобы облегчить слив раствора (Рисунок 2).

9.5.11 Третье экстрагирование выполняют без добавления этилового спирта, повторяя операции, описанные в 9.5.3 по 9.5.7. Используют только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). При необходимости слегка поднимают границу раздела до середины основания колбы (Рисунок 1), чтобы облегчить слив раствора (Рисунок 2).

Третья экстракция может быть проведена для молока с содержанием жира менее 0,5% массовой доли.

9.5.12 Удаляют растворители (включая этанол) по возможности полностью из емкости для сбора жира перегонкой, если используют перегонную или коническую колбу, или выпариванием, если используют стакан или чашу (6.3). Ополаскивают внутреннюю

поверхность горловины перегонной или конической колбы небольшим количеством растворителя смешанного (5.6) перед началом перегонки.

9.5.13 Емкость для сбора жира (колбу для перегонки или коническую колбу) помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф (6.4) при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ и выдерживают 1 час (для улетучивания паров растворителей).

Извлекают емкость для сбора жира из сушильного шкафа и немедленно проверяют, будет ли жир чистый. Если жир не чистый и предполагается наличие посторонних примесей, всю процедуру следует повторить. Если жир чист, защищают емкость от пыли и охлаждают до температуры весовой комнаты (стеклянную емкость для сбора жира - примерно 1 час, металлическую чашу - минимум 30 минут). Не следует помещать емкость для сбора жира в эксикатор, чтобы избежать неполного охлаждения или чрезмерно длительного времени охлаждения.

Не следует протирать емкость для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Для установления емкости на весы (6.1) используют держатели (6.13). Взвешивают емкость с точностью до 1,0 мг.

9.5.14 Емкость для сбора жира, колбу для перегонки или коническую колбу помещают в горизонтальном положении в сушильный шкаф (6.4) при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ и выдерживают 30 минут. Охлаждают и взвешивают повторно, как указано в 9.4.13. При необходимости повторяют нагревание и взвешивание пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями не уменьшится до 1,0 мг или начнет увеличиваться. Записывают минимальную массу как массу емкости для сбора жира и экстрагируемого вещества.

10 Обработка и представление результатов

10.1 Расчеты результатов

Рассчитывают содержание жира в пробе, w_f , выраженное как процент массовой доли пробы, используя Формулу (1):

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

где m_0 - масса испытуемой пробы (9.2), г;

m_1 - масса емкости для сбора жира и экстрагированного вещества, определенная по 9.5.14, г;

m_2 - масса подготовленной емкости для сбора жира (9.4), г;

m_3 - масса емкости для сбора жира, используемая в контрольном опыте (9.3.1) и какого-либо экстрагируемого вещества, указанного в 9.5.14, г;

m_4 - масса емкости для сбора жира (9.4), используемая в контрольном опыте (9.3.1), г.

10.2 Выражение результатов

Результат округляют до двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное определение

Подробности межлабораторного определения прецизионности метода в соответствии с международными стандартами [5] и [6].

Подробные данные межлабораторных испытаний по точности метода представлены в Приложениях С и D, соответственно (см. также [8]). Значения пределов

СТ РК ИСО 1211-2011

повторяемости и воспроизводимости выражаются для 95 %-ого доверительного уровня и не могут применяться для области концентраций и матриц, отличных от данных.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученными и с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в одной лаборатории одним оператором, на одном оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должна превышать следующие показатели массовой доли в не более чем 5% случаев:

- a) 0,031 % для обезжиренного коровьего молока;
- b) 0,036 % для коровьего молока с пониженным содержанием жира;
- c) 0,043 % для цельного коровьего молока;
- d) 0,030 % для козьего молока;
- e) 0,069 % для овечьего молока.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами измерений, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных пробах материала в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, в течение короткого промежутка времени не должна превышать следующие показатели массовой доли в не более чем 5% случаев:

- a) 0,043 % для обезжиренного коровьего молока;
- b) 0,042 % для коровьего молока с пониженным содержанием жира;
- c) 0,056 % для цельного коровьего молока;
- d) 0,052 % для козьего молока;
- e) 0,096 % для овечьего молока.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать, как минимум, следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) метод отбора проб, если он известен;
- c) использованный метод со ссылкой на настоящий стандарт;
- d) все детали, не описанные в настоящем стандарте, или не обязательные, вместе с подробностями любых непредвиденных случайностей, которые могут повлиять на результат(ы) анализа;
- e) внесение поправки, если в контрольном опыте получено значение, более 2,5 мг;
- f) полученные результат(ы); или окончательный заявленный результат, если была проверена повторяемость.

Приложение А
(информационное)

Примечания к процедурам

A.1 Контрольное испытание, выполняемое одновременно с определением (9.3.1)

Значение, полученное при проведении контрольного испытания, выполняемого одновременно с определением, дает возможность корректировать присоединенную массу веществ, экстрагированных из испытуемой пробы ($m_1 - m_2$), с учетом присутствия любого нелетучего вещества, полученного из реагентов, а также любого изменения атмосферных условий в весовой комнате при двух взвешиваниях (9.5.14 и 9.4). При использовании контрольных проб для нескольких образцов для испытания необходимо удостовериться, что пустая емкость сопровождает емкости для сбора проб с пробами до тех пор, пока последняя емкость для сбора проб не достигнет постоянной массы.

Для расчета содержания жира используют массу пустой емкости, соответствующего циклу сушки пробы для испытания [то есть, для тестовой емкости, достигшей постоянной массы в цикле сушки n используют пустую массу в цикле сушки n ; для цикла сушки $(n + 1)$ используют пустую массу цикла сушки $(n + 1)$ и т.д. (9.3.1)].

При благоприятных условиях, таких, как низкое значение в контрольном испытании по реагентам, постоянная температура в комнате для проведения взвешивания, достаточное время охлаждения емкости для сбора жира, значение обычно ниже 1,0 мг, и может быть не учтено при расчетах в случае обычных определений. Немного завышенные значения (положительные или отрицательные) до 2,5 мг также часто не принимают в расчет. После корректировки таких значений результаты будут точными. Если вносятся поправки более 2,5 мг, то это должно быть отмечено в протоколе испытаний (Раздел 12).

Если значение, полученное в контрольном испытании, постоянно превышает 1,0 мг, то реагенты должны быть проверены. Любые реагенты с примесями необходимо заменить или очистить (9.3.2 и A.2).

A.2 Контрольные испытания для проверки реагентов (9.3.2)

При проведении контрольного испытания для контроля массы должна быть использована такая емкость для сбора жира, чтобы из-за изменений в атмосферных условиях весовой комнаты или отсутствие нелетучего вещества в экстракте реагентов. Такая емкость для сборки жира, может быть использована как уравновешивающая емкость, если используются весы, имеющие две чаши. В противном случае должно учитываться отклонение массы ($m_3 - m_4$ в 10.1) емкости для сборки жира при контроле, если в контрольном опыте проводится проверка массы емкости для сбора жира. Поэтому изменение массы емкости для сбора жира, скорректированной по изменению массы емкости для сбора жира при контрольном методе, не должно превышать 1,0 мг.

Растворители могут содержать летучее вещество, которое прочно удерживается в жире. Если существуют индикаторы присутствия таких веществ, необходимо выполнить контрольную проверку для всех реагентов и для всех реагентов и для каждого растворителя, используя емкость для сбора жира и около 1 г безводного молочного жира. При необходимости растворители повторно перегоняют в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Использовать растворители необходимо сразу после повторной перегонки.

СТ РК ИСО 1211-2011

A.3 Исследование на наличие перекисей

Для исследования перекисей к 10 мл диэтилового эфира (5.4) в малый стеклянный цилиндр с притертой пробкой, предварительно промытый эфиром, добавляют 1 мл свежеприготовленного раствора йодида калия концентрацией 100 г/л. Встряхивают цилиндр и оставляют на 1 минуту. Слой диэтилового эфира не должен при этом желтеть.

Для определения перекисей могут быть использованы другие методы.

Чтобы гарантировать, что диэтиловый эфир свободен от перекисей, необходимо обработать диэтиловый эфир минимум за 3 дня до использования как указано далее.

Разрезают цинковую фольгу на полоски, которыми заполнят наполовину бутыль, содержащую диэтиловый эфир, используя приблизительно 8000 мм² фольги на 1 литр диэтилового эфира.

Перед использованием полностью погружают полоски фольги на 1 минуту в раствор, содержащий 10 г пятиводного сульфата меди (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) и 2 мл концентрированной серной кислоты (98 % массовой доли) на 1 литр. Осторожно, но полностью промывают полоски водой, помещают мокрые покрытые медью полоски в бутыль, содержащую диэтиловый эфир, и оставляют полоски в бутыли.

Могут быть использованы другие методы, если они не оказывают воздействия на результат определения.

A.4 Этанол

Этанол, денатурированный не с помощью метанола, а каким-либо другим способом, может быть использован при условии, что денатурат не оказывает влияния на результат определения.

**Приложение В
(информационное)**

Альтернативные процедуры с использованием обезжиренных трубок с сифоном или промывных устройств

B.1 Общие положения

Если используют пробирки для экстрагирования жира с сифоном или приспособлением для промывания, необходимо применять методику, описанную в настоящем приложении. Пробирки должны быть снабжены корковыми пробками хорошего качества или стопорами, описанными в 6.6 (пример приведен на Рисунке В.1).

B.2 Методика

B.2.1 Приготовление испытуемой пробы

См. Раздел 8.

B.2.2 Испытуемая пробы

Подготавливают, как описано в 9.2, используя пробирки для экстракции жира (Примечание к 6.6 и В.1). Испытуемая пробы должна быть помещена на дно пробирки для экстракции жира.

B.2.3 Контрольный опыт

См. 9.3 и А.1.

B.2.4 Подготовка емкости для сбора жира

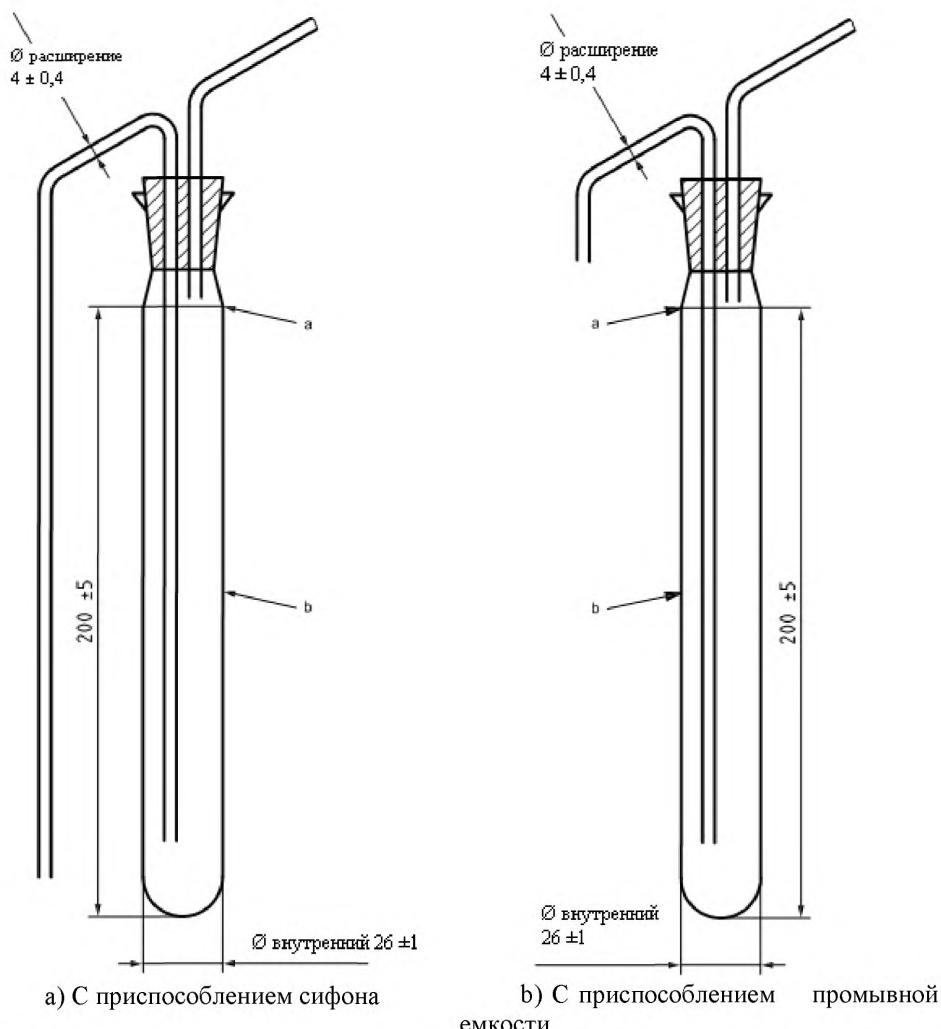
См. 9.4.

B.2.5 Определение

B.2.5.1 Измерение выполняют незамедлительно.

Б.2.5.2 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно смешивают со смесью в пробирке для экстракции жира. При желании добавляют 2 капли раствора Конго красного (5.3)

Б.2.5.3 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закрывают пробирку для экстракции жира пробкой, пропитанной водой, или стопором из другого материала, смоченного водой (6.6). Сильно встряхивают пробирку, но не сильно, поворачивая несколько раз в течение 1 минуты, избегая образования стойких эмульсии. При необходимости охлаждают пробирку в проточной воде. Осторожно удаляют пробку или стопор и промывают ее и горловину пробирки небольшим количеством растворителя смешанного (5.6). Используют приспособление для промывания (6.8), чтобы промывная жидкость стекала в пробирку.



- a) Вместимость до данного уровня с удаленной арматурой (105 ± 5) мл.
b) Толщина стенок ($1,5 \pm 0,5$) мм.

Рисунок В.1 - Примеры трубок для экстракции жира

B.2.5.4 Добавляют 25 мл петролейного эфира (5.5). Закрывают пробирку для экстракции жира повторно увлажненной (окунанием) пробкой или стопором. Осторожно встряхивают пробирку в течение 30 секунд, как описано в B.2.5.3.

B.2.5.5 Центрифугируют закрытую трубку для экстракции жира в течение от 1 до 5 минут с радиальным ускорением от 80 г до 90 г. Если нет возможности провести центрифugирование (6.2), оставляют закрытую трубку на подставке (6.7) не менее чем на 30 минут, до тех пор, пока не появится всплывающий слой, отделившийся от водяного слоя. При необходимости трубку остужают под струей воды до комнатной температуры.

Б.2.5.6 Осторожно вынимают пробку или заглушку и промывают ее и горлышко трубы для экстракции жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используют промывную склянку (6.8) так, чтобы намыв стекал в трубку.

Б.2.5.7 Вставляют сифонное приспособление или приспособление для промывания в пробирку. Нажимают вниз длинную внутреннюю трубку приспособления, пока ввод окажется приблизительно на 4 мм выше границы раздела между слоями. Внутренняя трубка приспособления должна быть параллельна осевой линии пробирки для экстракции жира.

Осторожно переносят поверхностный слой из пробирки для экстракции жира в емкость жира (9.4), содержащую материалы, облегчающие кипение (6.10), если используются перегонные или конические колбы (необязательно). Избегают переноса какого-либо водяного слоя.

ПРИМЕЧАНИЕ Поверхностный слой можно перенести из пробирки для экстракции жира, используя, например, резиновую грушу, прикрепленную к короткому стержню для оказания давления.

Б.2.5.8 Отсоединяют приспособление от горловины пробирки для экстракции жира. Немного приподнимают арматуру и промывают нижнюю часть ее длинного внутреннего стержня небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Опускают и переустанавливают приспособление и переносят промывную жидкость в емкость для сбора жира. Промывают выходное отверстие приспособления, небольшим количеством смешанного растворителя снова, собирая промывную жидкость для сбора жира. По желанию можно удалить растворитель или часть его из емкости для сбора жира перегонкой или выпариванием, как описано в 9.5.12.

Б.2.5.9 Повторно отсоединяют приспособление от горловины. Слегка поднимают приспособление и добавляют 5 мл этанола к содержимому пробирки для экстракции жира. Используя этанол, промывают длинную внутреннюю трубку приспособления. Смешивают, по Б.2.5.2.

Б.2.5.10 Выполняют вторую экстракцию, повторяя действия, описанные от Б.2.5.3 до Б.2.5.8. Взамен 25 мл используют только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира. Для промывания длинной внутренней трубы приспособления, после предыдущей экстракции, используют диэтиловый эфир.

Б.2.5.11 Третью экстракцию выполняют без добавления этанола, повторяя действия, описанные от Б.2.5.3 до Б.2.5.8. Используют только 15 мл диэтилового эфира и 15 мл петролейного эфира. Для промывания длинной внутренней трубы приспособления используют диэтиловый эфир, как описано в Б.2.5.10.

Третью экстракцию можно не проводить для молока с содержанием жира менее чем 0,5 % от массовой доли.

Б.2.5.12 Продолжают определение по 9.5.12 - 9.5.14.

Приложение С
(информационное)

Межлабораторное испытание сырого молока

C.1 Общие положения

Совместное международное испытание, включившее в себя 19 лабораторий в 13 странах, проведено в декабре 2005 года [8]. Испытание было проведено на 12 парах произвольных повторных выборок, содержащих:

а) три пары проб обезжиренного молока с содержанием жира $w_f < 0,5 \text{ г} / 100 \text{ г}$;

б) три пары проб молока с пониженным содержанием жира, с содержанием жира в пределах $0,5 \text{ г} / 100 \text{ г} \leq w_f \leq 2 \text{ г} / 100 \text{ г}$;

в) шесть пар проб сырого молока с содержанием жира в пределах $3 \text{ г} / 100 \text{ г} \leq w_f \leq 6 \text{ г} / 100 \text{ г}$. Испытание было организовано Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия.

Полученные результаты стали объектом статистического анализа в соответствии с международными стандартами [5] и [6] и приведены в Таблице С.1, С.2 и С.3, соответственно.

C.2 Результаты испытания

Таблица С.1 - Результаты для обезжиренного молока

Параметры	Проба			Общее среднее ^{a)}
	3	12	1	
Количество задействованных лабораторий после удаления выбросов	11	10	11	-
Среднее значение г/100 г	0,222	0,336	0,487	0,348
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100 г	0,011	0,010	0,012	0,011
Границы повторяемости r ($2,8s_r$), г/100 г	0,030	0,028	0,034	0,031
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$, %	13,7	8,3	7,0	8,9
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г / 100 г	0,018	0,010	0,017	0,016
Границы воспроизводимости = R ($2,8s_R$), г/100 г	0,051	0,028	0,047	0,043
Коэффициент вариаций воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	23,0	8,5	9,6	12,5

^{a)} Средние значения были рассчитаны с использованием только данных выборки с удаленными выбросами. Прочие статистические средние были рассчитаны из квадратного корня среднего значения квадрата отклонений.

Таблица С.2 - Результаты для молока с пониженным содержанием жира

Параметры	Проба			Общее среднее ^{a)}
	7	6	2	
Количество задействованных лабораторий после удаления выбросов	11	11	11	-
Среднее значение г/100 г	0,561	1,368	2,039	1,323
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100г	0,011	0,011	0,016	0,013
Границы повторяемости r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,031	0,032	0,044	0,036
Коэффициент вариаций повторяемости, $C_{V,r}$, %	5,5	2,4	2,2	2,7
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г/100 г	0,016	0,013	0,016	0,015
Границы воспроизводимости R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,044	0,036	0,045	0,042
Коэффициент вариаций воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	7,8	2,6	2,2	3,2

^{a)} Средние значения были рассчитаны с использованием только данных выборки с удаленными выбросами. Прочие статистические средние были рассчитаны из квадратного корня среднего значения квадрата отклонений.

Таблица С.3 - Результаты для цельного молока

Параметры	Проба						Общее среднее ^{a)}
	9	5	10	4	11	8	
Количество задействованных лабораторий после удаления выбросов	10	11	10	11	9	11	-
Среднее значение г/100 г	3,032	3,287	4,052	4,305	5,503	5,825	4,334
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100 г	0,010	0,017	0,011	0,022	0,014	0,013	0,015
Границы повторяемости r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,028	0,047	0,031	0,063	0,040	0,038	0,043
Коэффициент вариаций повторяемости, $C_{V,r}$, %	0,9	1,4	0,8	1,5	0,7	0,7	1,0
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г/100 г	0,014	0,021	0,013	0,025	0,015	0,025	0,020
Границы воспроизводимости R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,040	0,059	0,037	0,071	0,043	0,069	0,056
Коэффициент вариаций воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	1,3	1,8	0,9	1,7	0,8	1,2	1,3

^{a)} Средние значения были рассчитаны с использованием только данных выборки с удаленными выбросами. Прочие статистические средние были рассчитаны из квадратного корня среднего значения квадрата отклонений.

Приложение D
(информационное)

Межлабораторное испытание сырого овечьего молока и сырого козьего молока

D.1 Общие положения

Совместное международное испытание [8], включившее в себя 16 лабораторий в девяти странах, проводились в ноябре 2006 года. Испытание было проведено на 6 парах произвольных контрольных проб по каждому виду молока. Пробы овечьего молока содержали жир от 4,5 г на 100 г на 100 г до 8,5 г на 100 г; пробы козьего молока имели содержание жира от 1,5 г на 100 г до 5,0 г на 100 г.

Испытания были организованы Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarese, Италия.

Полученные результаты стали объектом статистического анализа в соответствии с [5] и [6], и приведены в Таблице D1 и D.2, соответственно.

D.2 Результаты испытания

Таблица D.1 - Результаты для овечьего молока

Параметры	Проба						Общее среднее ^{a)}
	9	5	10	4	11	8	
Количество задействованных лабораторий после удаления выбросов	14	12	13	14	12	14	-
Среднее значение г/100 г	6,492	4,497	5,554	8,334	7,312	7,877	6,678
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100 г	0,032	0,022	0,013	0,032	0,012	0,028	0,025
Границы повторяемости r ($2,8s_r$), г/100 г	0,090	0,062	0,038	0,090	0,033	0,078	0,069
Коэффициент вариаций повторяемости, $C_{V, r}$, %	1,4	1,4	0,7	1,1	0,4	1,0	1,0
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г/100 г	0,044	0,022	0,033	0,042	0,025	0,033	0,034
Границы воспроизводимости = R ($2,8s_R$), г/100 г	0,123	0,062	0,091	0,119	0,069	0,092	0,096
Коэффициент вариаций воспроизводимости, $C_{V, R}$, %	1,9	1,4	1,6	1,4	0,9	1,2	1,4

^{a)} Средние значения были рассчитаны с использованием только данных выборки с удаленными выбросами. Прочие статистические средние были рассчитаны из квадратного корня среднего значения квадрата отклонений.

Таблица D.2 - Результаты для козьего молока

Параметры	Проба						Общее среднее ^{a)}
	1	2	3	4	5	6	
Количество задействованных лабораторий после удаления выбросов	12	14	12	14	14	13	-
Среднее значение г/100 г	3,017	1,542	4,870	2,200	4,405	3,673	3,285
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100 г	0,008	0,012	0,011	0,008	0,012	0,010	0,011
Границы повторяемости r ($2,8 \cdot s_r$), г/100 г	0,023	0,035	0,031	0,023	0,035	0,029	0,030
Коэффициент вариаций повторяемости, $C_{V, r}$, %	0,7	2,3	0,6	1,1	0,8	0,8	0,9
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г/100 г	0,017	0,018	0,020	0,019	0,023	0,015	0,019
Границы воспроизводимости R ($2,8 \cdot s_R$), г/100 г	0,048	0,051	0,055	0,053	0,063	0,042	0,052
Коэффициент вариаций воспроизводимости, $C_{V, R}$, %	1,6	3,3	1,1	2,4	1,4	1,1	1,6

^{a)} Средние значения были рассчитаны с использованием только данных выборки с удаленными выбросами. Прочие статистические средние были рассчитаны из квадратного корня среднего значения квадрата отклонений.

Библиография

- [1] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products. Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб).
- [2] ISO 835 Laboratory glassware. Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные).
- [3] ISO 1042 Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой).
- [4] ISO 4788 Laboratory glassware. Graduated measuring cylinders (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры).
- [5] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения).
- [6] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения).
- [7] ISO 7208/IDF 22, Skimmed milk, whey and buttermilk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method) (Сепарированное молоко, сыворотка и пахта. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Стандартный метод)).
- [8] International dairy federation. Interlaboratory collaborative studies on reference method ISO 1211/DF 1 for the determination of the fat content in cow milk, sheep milk and goat milk. Bull. Int. Dairy Fed. 2009, (439), pp. 1-34 (Международная молочная федерация. Межлабораторные совместные исследования по контролльному методу ISO 1211/IDF 1 для определения содержания жира в коровьем молоке, овчье молоко и козье молоко. Бюллетень международной молочной федерации, 2009 г, (439), стр. 1-34).

УДК 637.11:006.354

МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, сырое коровье молоко, сырое овечье молоко, сырое козье молоко, молоко с пониженным содержанием жира, обезжиренное молоко, химически консервированное молоко, переработанное жидкое молоко, содержание жира в молоке

Басуға _____ ж. кол қойылды. Пішімі 60x84 1/16 Қағазы оғсеттік.

Қаріп түрі «Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана.

Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау жөне сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік
кәсіпорны

010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй

«Эталон орталығы» ғимараты

Тел.: 8(7172) 240074, 793324