



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СІЫР СҮТІ

**Сүт құрамы мен тығыздығы көрсеткіштерін
анықтау бойынша сынау әдістері**

МОЛОКО КОРОВЬЕ

**Методы испытаний по определению
показателей состава и плотности молока**

ҚР СТ 1483-2005

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СИЫР СҮТІ

**Сүт құрамы мен тығыздығы көрсеткіштерін
анықтау бойынша сынау әдістері**

ҚР СТ 1483-2005

Ресми басылым



**Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті**

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасы Ауыл шаруашылығы министрлігінің «Қайта өңдеу және тағам өнеркәсібінің ғылыми-өндірістік орталығы» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Тағам өнімдері» ТК 31 стандарттау жөніндегі техникалық комитет **ӨЗІРЛЕДІ**

2 Қазақстан Республикасы Ауыл шаруашылығы министрлігі **ЕНГІЗДІ**

3 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2005 жылғы 28 желтоқсандағы № 498 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ІСКЕ ҚОСЫЛДЫ**

4 Осы стандарт 6 және 8 бөлімдерде ГОСТ ИСО 5725-2003 «Талдау әдістерінің дәлдігі. Зертханааралық тексеру жолымен талдаудың стандартты әдісіне арналған ұқсастық пен қайталанғыштықты анықтау» талаптарын ескереді.

5 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы», «Тұтынушылар құқығын қорғау туралы», «Қазақстан Республикасындағы тілдер туралы», «Халықтың санитарлық-эпидемиологиялық жағдайы туралы», «Тағам өнімдерінің сапасы мен қауіпсіздігі туралы» Қазақстан Республикасы заңдарының нормалары іске асырылған.

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

7 БІРІНШІ ТЕКСЕРУДІҢ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ

2010 жыл
5 жыл

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Ультрадыбыстық әдіс негізі	2
4	Аппаратура, материалдар мен реактивтер	2
5	Сынамаларды іріктеу және сақтау	3
6	Өлшеулер дайындау және жүргізу	3
7	Өлшеу нәтижелерін өңдеу	4
8	Өлшеу дәлдігін бақылау	6
9	Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу	7
А қосымшасы	Библиография	8

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ**СИЫР СҮТІ****Сүт құрамы мен тығыздығы көрсеткіштерін анықтау бойынша сынау әдістері**

Енгізілген күні 2007.01.01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт сиыр сүтінің тығыздығын, майдың салмақтық үлесін, ақуыздың салмақтық үлесін және құрғақ майсыздандырылған сүт қалдығын (СОМО) анықтаудың ультрадыбыстық әдістерін белгілейді.

Осы стандарт сондай-ақ кілегей мен балмұздақтың сапасын бақылау кезінде қолданыла алады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ҚР СТ 2.18-2003 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін амтамасыз ету жүйесі. Өлшеулерді орындау әдістемесі. Өзірлеу, аттестаттау және қолдану тәртібі.

ГОСТ 1770-74 Өлшемді зертханалық шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, түтіктер. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3622-68 Сүт және сүт өнімдері. Сынамаларды іріктеу және оларды сынауға дайындау.

ГОСТ 3626-73 Сүт және сүт өнімдері. Ылғал мен құрғақ заттың болуын анықтау әдістері.

ГОСТ 4495-87 Құрғақ майлы сүт. Техникалық шарттар.

ГОСТ 5867-90 Сүт және сүт өнімдері. Майды анықтау әдістері.

ГОСТ 6709-72 Реактивтер. Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 8764-73 Сүт консервілері. Бақылау әдістері.

ГОСТ 10970-87 Майы алынған құрғақ сүт. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13264-88 Сиыр сүті. Сатып алу кезінде қойылатын талаптар.

ГОСТ 13277-79 Пастерленген сиыр сүті. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13928-84 Дайындалатын сүт және кілегей. Қабылдау ережесі, сынамаларды іріктеу және оларды талдауға дайындау әдістері.

ГОСТ 14919-83 Электр плиталар, электр плиткалар мен тұрмыстық қуыратын электр шкафтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 22760-77 Сүт өнімдері. Майды анықтаудың гравиметриялық әдісі.

ГОСТ 23327-98 Сүт және сүт өнімдері. Жалпы азоттың салмақтық үлесін Къедаль бойынша өлшеу және ақуыздың салмақтық үлесін анықтау әдісі.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразы. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25179-90 Сүт. Ақуызды анықтау әдістері.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.

ГОСТ 26809 -86 Сүт және сүт өнімдері. Қабылдау ережелері, сұрыптау және сынамаларды талдауға дайындау әдістері.

ГОСТ 28498-90 Сұйықтықтық шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынау әдістері.

ГОСТ Р 8.563-96 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшеулерді орындау әдістері.

3 Ультрадыбыстық әдіс негізі

Ультрадыбыстық әдіс екі түрлі температура (40-43°C және 60-63°C) жағдайында сүттегі ультрадыбыс жылдамдығын өлшеуге және ультрадыбыстық ауытқулардың ГОСТ Р 8.563-96 бойынша өнім арқылы өткен кезде өшу деңгейін өлшеуге негізделген.

Сүт, кілегей, балмұздақтың құрамы мен сүт тығыздығын анықтау «Лактан 1-4», [1] ультрадыбыстық талдағыш көрсеткіштерін қолданып жүргізіледі.

Өлшеу ауқымдары мен сенімділік ықтималдығы 0,95 және параллель анықтаулар саны жағдайында өлшеулер нәтижелерінің салыстырмалы кінаратының шектері 1-кестеде берілген.

1-кесте Өлшеу ауқымдары мен сенімділік ықтималдығы 0,95 және параллель анықтаулар саны жағдайында өлшеулер нәтижелерінің салыстырмалы кінаратының шектері

Көрсеткіштер	Бақыланатын объект	белгіленуі	өлшеу ауқымдары	Сенімділік ықтималдығы $P=0,95$ және $n=2$ жағдайындағы абсолют кінараттың шектері (δ)
Майдың салмақтық үлесі, %	сүт	J_M	0,5-6	0,15
	құрғақ сүт	$J_{C.M}$	0,5-30	0,5
	кілегей	J_C	10-30	0,5
	балмұздақ және	J_{MOP}	10-20	0,3
	концентрленген сүт	$J_{K.M}$	10-20	0,3
Ақуыздың салмақтық үлесі, %	сүт	B_M	1,5-3,5	0,25
	балмұздақ және	B_{MOP}	3-14	0,30
	концентрленген сүт	$B_{K.M}$	3-14	0,30
СОМО салмақтық үлесі, %	сүт	C_M	6-12	0,4
	құрғақ сүт	$C_{C.M}$	60-70	0,5
	кілегей	C_{MOP}	12-48	0,6
	балмұздақ және	$C_{K.M}$	12-48	0,6
	концентрленген сүт			
тығыздық, $кг/м^3$	сүт	ρ_M	1000-1040	0,5

Е с к е р т п е: Өлшеулер орындау кезінде мынадай шарттар сақталуы керек:

- талданатын өнім температурасы, өнім түріне қарай, $25 \pm 5^\circ C$ артық емес;
- қоршаған ауа температурасы $20 \pm 5^\circ C$;
- $30^\circ C$ температурасы жағдайда 80 % дейінгі салыстырмалы ауа ылғалдығы;
- атмосфералық қысым 84-тен 106 кПа дейін.

4 Аппаратура, материалдар мен реактивтер

4.1 [2] бойынша сүтте майдың, ақуыздың, СОМО салмақтық үлесін және тығыздығын өлшеуге арналған «Лактан 1-4» ультрадыбыстық сүт талдағышы

Қыздырумен термостатталатын, сүт пен құрғақ сүт үшін $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ және $(45 \pm 2)^\circ\text{C}$ температурасын ұстап тұруға мүмкіндік беретін су моншасы.

25°C және 45°C мәндерін қосатын өлшем ауқымды және ГОСТ 28498 бойынша шкаласының бөлу бағамы 1°C (сүт сынамасы үшін) сұйықтықтық термометр.

ГОСТ 25336 бойынша КН-3-1000-50 ТС құты. (сүт сынамасы үшін).

ГОСТ 24101 бойынша 3-нші сыныпты, дәлдік сыныбы НВП 160г және салыстырып тексеріп бөлу шкаласының бағамы 0,005 г зертханалық таразы (құрғақ сүт, кілегей, балмұздақ және концентрленген сүт сынамасы үшін).

ГОСТ 25336 бойынша В -1-50 ТС және В-1-250 ТС стакан (құрғақ сүт, кілегей, балмұздақ және концентрленген сүтті талдау үшін).

ГОСТ 1770 бойынша 1-100-2 құты (құрғақ сүтті талдау үшін).

ГОСТ 25336 бойынша В-25-38 ХС құйғы (құрғақ сүтті талдау үшін).

Ұзындығы 100-120 мм және диаметрі 1-3 м шыны таяқша құрғақ сүт, кілегей, балмұздақ және концентрленген сүтті талдау үшін).

Қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша өлшеу ауқымы 0°C -тан 100°C -қа дейін, шкаланың бөлу бағамы 1°C шыны сынапты термометр (құрғақ сүтті талдау үшін).

ГОСТ 14919 бойынша электр плитка (құрғақ сүтті талдау үшін).

Гомогендеу қысымы 5 МПа кем емес зертханалық клапанды гомогендеуші (құрғақ сүтті талдау үшін).

ГОСТ 6709 бойынша дистилденген су.

Ыдыс жууға арналған тұрмыстық сұйық құрал.

4.2 Техникалық және метрологиялық сипаттамалары көрсетілгеннен кем емес басқа аппаратураны және басқа материалдарды қолдану рұқсат етіледі.

5 Сынамаларды іріктеу және сақтау

5.2.1 Сүт сынамасын іріктеу, оны сақтау және талдауға дайындауды ГОСТ 13928 және ГОСТ 26809 бойынша жүргізеді. Сынамаларды калий бихроматымен консервілеу рұқсат етіледі.

5.2.2 Құрғақ сүттің сынамасын іріктеуді ГОСТ 3622 бойынша жүргізеді.

5.2.3 Кілегей сынамаларын іріктеу және оларды сақтауды ГОСТ 13928 және ГОСТ 26809 бойынша жүргізеді. Калий бихроматымен консервілеу рұқсат етіледі.

5.2.4 Балмұздақ пен концентрленген сүттің сынамаларын іріктеуді, оларды сақтауды ГОСТ 3622 бойынша жүргізеді.

Өлшеуге (талдауға) балмұздақты мұздатар алдындағы сұйық қоспа жатады.

6 Өлшеулер дайындау және жүргізу

6.1 Бір деңгейге қатысты n өлшеулерден алынған әр топ қайталану жағдайында, яғни қысқа уақыт ішінде бір оператормен, сондай-ақ аралық сипаттағы аппаратураны аралық қайта калибрлеусіз жүзеге асырылуы керек.

6.2 Талдағышты жұмысқа дайындауды құралға қоса берілетін пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа сәйкес жүргізеді.

6.3 Сынаманы дайындау

6.3.1 Сүт сынамасын дайындау

Тұрып қалған кілегейде қабаттың болуы жағдайда сүтті су моншасында $(45 \pm 5)^\circ\text{C}$ температурасына дейін қыздырады және бір ыдыстан екінші ыдысқа құю жолымен әбден (кем дегенде 3 рет) араластырады.

Содан кейін сынаманы $(22 \pm 4)^\circ\text{C}$ температурасына дейін суытады.

6.3.2 Құрғақ сүт сынамасын дайындау.

Дистилденген суды электр плиткада 40-42°C температурасына дейін қыздырады.

Құралды құралға қоса берілетін нұсқаулыққа сәйкес өлшеуге дайындайды.

Су моншасын 45°C температурасына дейін қыздыру керек.

Сыымдылығы 50см³ стаканды таразы тостағына салады және теңдестіреді. Стаканға сыналатын өнімді (құрғақ сүт) үлгі салмағы 12,50г жеткенге дейін салады. Алынған өлшендіні құйғы және шыны таяқша көмегімен өлшемді құтыға салады.

Стаканды 3 реттен кем емес әр рет шайындыны сыымдылығы 100см³ өлшемді құтыға құйып жылы сумен шаяды (шамамен 20см³). Құты ішіндегіні бөлме температурасына дейін суытады, белгіге дейін жеткізеді және сүттің толық ерігеніне дейін әбден араластырады.

Осы үлгімен алынған сынаманы су моншасында 40-42°C температурасына дейін қыздырады және зертханалық гомогендеуші көмегімен гомогендейді. Содан кейін сынаманы бөлме температурасына дейін суытады.

6.3.3 Кілегей сынамасын дайындау

Өлшеуге алдын ала дайындық ГОСТ 13928 және ГОСТ 26809 бойынша жүргізіледі.

Майдың салмақтық үлесі 10-нан 20%-ке дейінгі талданатын кілегей сынамасын мына тәсілдердің біреуімен майсыздандырылған сүтпен қалыптастырады:

1 егер кілегей 20% кем емес майдың салмақтық үлесіне ие болуы керек болса, 20г кілегейді 80г майы алынған сүтпен қалыптастырады. Қалыптастырылған сүт салмағы 20г + 80г=100г;

2 егер кілегей 20% және одан артық майдың салмақтық үлесіне ие болуы керек болса, онда 10 г кілегейді 90г майы алынған сүтпен қалыптандырады. Қалыптандырылған сүт салмағы 10г+90г.=100г.;

Е с к е р т п е: Майылығы аз кілегей үшін сүтке арналған сынаманы дайындау тәсілін пайдаланады.

6.3.4 Балмұздақ пен концентрленген сүт сынамасын дайындау.

Өлшеуге алдын ала дайындау ГОСТ 3622 бойынша жүргізіледі.

Таразы тостағына стаканды орнатып оны теңдестіреді. Стаканға 20,0г концентрленген сүтті немесе 10,0г балмұздаққа арналған сұйық қоспаны салады. Осыдан кейін стаканға 20,0г (концентрленген сүтті талдаған жағдайда) немесе 30,0г (балмұздақты талдаған жағдайда) су құяды да әбден араластырады.

6.3.5 Дайындалған сынаманы құралдың қабылдау құрылғысына орналастырады.

2,5-3,5 минуттан кейін құрал құрылғысында көрсетілетін талдау нәтижелерін оқиды.

6.3.6 Сынаманы талдаған жағдайда 1-кестеде көрсетілген өлшенетін шамалар мәндері талдағыштың, [1] көрсеткіштері бойынша тікелей алынады.

6.3.7 Өлшеулер аяқталғаннан кейін құралды құралға қоса берілетін нұсқаулыққа сәйкес сумен және жуғыш құралмен жуады.

7 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

7.1 Құрғақ сүтте майдың салмақтық үлесін мына формуламен есептейді:

$$Ж_{с.м.} = Ж_{г.} \times \frac{(100 - B)}{12,5} \quad (1)$$

мұнда: Ж_{с.м.} – құрғақ сүттегі майдың салмақтық үлесі, (%);

Ж_{г.} – құрал көрсеткіштеріне сәйкес гомогенделетін сынамадағы майдың салмақтық үлесі, %;

B – паспорттық деректерге сәйкес немесе ГОСТ 8764 бойынша өлшенген 100г құрғақ сүттегі ылғалдың салмағы, г.; 12,5 – құрғақ сүт өлшендісінің салмағы, г.

Ұқсас үлгімен құрал көрсеткіштеріне сәйкес алынған СОМО салмақтық үлесімен формуладағы $J_{г.}$ майдың салмақтық үлесін алмастырып СОМО (құрғақ майы алынған сүт қалдығы) ($C_{с.м.}$), салмақтық үлесін есептейді.

7.2 Кілегейде майдың салмақтық үлесін мына формула бойынша есептейді:

$$J_{с} = \frac{M_{н.с.}}{M_{с}} \times (J_{н.с.} - J_{о}) + J_{о} \quad (2)$$

мұнда: $J_{с}$ – кілегейдегі майдың салмақтық үлесі, (%);

$M_{н.с.}$, $M_{с}$ – қалыптандырылған қоспа мен талданатын кілегей салмақтары;

$J_{с}$, $J_{н.с.}$, $J_{о}$ – талданатын кілегейде, қалыптандырылған қоспада, майы алынған сүттегі майдың салмақтық үлесі, %;

Бұл жағдайда $\frac{M_{н.с.}}{M_{с}} = 5$, егер $J_{с} < 20\%$; (3)

$$\frac{M_{н.с.}}{M_{с}} = 10, \text{ егер } J_{с} \geq 20\%. \quad (4)$$

1-мысал

Талданатын кілегейлер шамамен 10% майдың салмақтық үлесінен тұруы керек. 20г кілегей 80г майы алынған сүтті қалыптандырады. Құралда өлшеу нәтижесінде қалыптандырылған қоспадағы майдың салмақтық үлесі $J_{н.с.} = 2,00\%$; майы алынған сүтте майдың салмақтық үлесі $J_{о} = 0,05\%$ тең болып шығады. Бұл мәндерді (2) формулаға қоя отырып талданатын кілегейдегі майдың салмақтық үлесін табамыз:

$$J_{с} = 5 \cdot (2,00 - 0,05) + 0,05 = 9,80\% \quad (5)$$

2-мысал

Талданатын кілегейлер шамамен 25% майдың салмақтық үлесінен тұруы керек. 10г кілегей 90г майы алынған сүтті қалыптандырады. Құралда өлшеу нәтижесінде қалыптандырылған қоспадағы майдың салмақтық үлесі $J_{н.с.} = 2,5\%$; майы алынған сүтте майдың салмақтық үлесі $J_{о} = 0,05\%$ тең болып шығады. Бұл мәндерді (2) формулаға қоя отырып талданатын кілегейдегі майдың салмақтық үлесін табамыз:

$$J_{с} = 5 \cdot (2,50 - 0,05) + 0,05 = 24,55\% \quad (6)$$

Ескертпе: $J_{с}$ мәні дөңгелектелмей берілген (8.1т.)

7.3 Балмұздақ пен концентрленген сүтте майдың салмақтық үлесін мына формулалар бойынша есептейді:

$$J_{мор(к.м.)} = \frac{M_{нс}}{M_{мор(к.м.)}} \times J_{нс} \quad (7)$$

мұнда: $J_{мор(к.м.)}$ – балмұздақ пен концентрленген сүттегі майдың салмақтық үлесі, (%);

$M_{нс}$, $M_{мор(к.м.)}$ – қалыптандырылған қоспа мен талданатын өнімнің (балмұздақ немесе концентрленген сүт) салмағы, г.;

$J_{нс}$ – қалыптандырылған қоспадағы майдың салмақтық үлесінің өлшенген мәні, %;

$$\text{- концентрленген сүт үшін } \frac{M_{nc}}{M_{мор(к.м.)}} = 2 \quad (8)$$

$$\text{- балмұздақ үшін } \frac{M_{nc}}{M_{мор(к.м.)}} = 4 \quad (9)$$

Ұқсас үлгімен (5) формуладағы J_{nc} салмақтық үлесін құрал көрсеткіштері бойынша алынған СОМО (C_{nc}) салмақтық үлесі мен ақуыздың (B_{nc}) салмақтық үлесімен алмастырып СОМО (құрғақ майы алынған сүт қалдығы) ($C_{мор(к.м.)}$) және ақуыздың ($B_{мор(к.м.)}$) салмақтық үлесін есептейді.

7.4 Өлшеулердің соңғы нәтижесі ретінде екі параллель анықтамалар нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды. Анықтаулар нәтижелері арасындағы айырмашылық әдіс дәлдігін бақылау бөлімінде көретілген мәндерден аспауы керек.

8 Өлшеу дәлдіктерін бақылау

8.1 Әр өлшеулерді орындау кезінде екі сынама үшін алынған параллель анықтамалар нәтижелерінің ұқсастығы бақыланады.

Сынаулардың екі нәтижесі қайталану жағдайында алынуы керек. Содан кейін сынаулардың екі нәтижелері арасындағы абсолют айырмашылықтардың мәні қайталанғыштық шегімен $r=2,8\delta$, салыстырылуы керек.

Егер сынаулардың екі нәтижелері арасындағы айырмашылықтардың абсолют мәні r аспайтын болса, онда екі нәтиже де қабылданымды деп есептелінеді және соңғы анықталған нәтиже олардың орташа арифметикалық мәні болады. Егер айырмашылықтардың абсолют мәні r мәнінен асатын болса, онда зертханалар тағы екі нәтиже алуы керек. Егер төрт сынаулар ($x_{max} - x_{min}$) нәтижелерінің айырымы $n=4$, $P=0,95$ (4) үшін сенімділік ықтималдығының 95% деңгейі жағдайында сындарлы айырымға тең немесе кем болса, төрт нәтиженің орташа арифметикалық мәні соңғы анықталған нәтиже ретінде көрсетілуі керек.

Екі параллель анықтамалар нәтижелері арасындағы айырмашылықтың рұқсат етілетін мәндері 2-кестеде берілген (0,95 сенімділік ықтималдығы жағдайда)

2-кесте. Екі параллель анықтамалар нәтижелері арасындағы айырмашылықтың рұқсат етілетін мәндері

Көрсеткіштер	Бақыланатын объект	Анықтама нәтижелерінің ұқсастығын бақылау нормативі
Майдың салмақтық үлесі, %	сүт	0,17
	құрғақ сүт	0,8
	кілегей	0,8
	балмұздақ пен концентрленген сүт	0,4
Ақуыздың салмақтық үлесі, %	сүт	0,28
	балмұздақ пен	0,70
	концентрленген сүт	0,33
СОМО салмақтық үлесі, %	сүт	0,5
	құрғақ сүт	0,7
	балмұздақ пен концентрленген сүт	0,8
тығыздық, кг/м ³	сүт	0,6

8.2 Әдіс дәлдігін бақылауды кезеңді, үш айда 1 реттен кем емес жүргізеді.

Бұл жағдайда майдың салмақтық үлесі ГОСТ 22760 бойынша, СОМО үлесінің мәні - ГОСТ 3626 бойынша, ақуыздың салмақтық үлесінің мәні - ГОСТ 23327 бойынша, тығыздығының мәні - ГОСТ 3625 бойынша анықталатын зерттелетін өнімдердің бақылау сынамаларын пайдаланады.

Бақылау сынамаларын 4 сағаттан артық емес сақтайды.

Мынадай жағдайдың орындалуын тексереді (сүттегі майға арналған мысал):

$$(J_M)_{изм.} - (J_M)_к \leq \delta \quad (10)$$

мұнда: $(J_M)_{изм.}$ – берілген әдіске сәйкес өлшеулер жүргізген кезде алынған майдың салмақтық үлесінің мәні, %.

$(J_M)_к$ - бақылау сынамасындағы майдың салмақтық үлесінің мәні, %.

8.3 Егер шарт орындалмайтын жағдайда сәйкессіздік себебі анықталады және қайталау өлшеулері жүргізіледі.

8.4 Қайталау өлшеулерінен қанағатсызданарлық нәтижелер алынған жағдайда талдағышты жөндеуге жібереді.

Жабдықты кез келген алдын ала тексеру стандартты әдіс үшін белгіленгенге сәйкесуі керек.

9 Өлшеулер нәтижелерін рәсімдеу

9.1 Өлшеулер нәтижелерін:

сүттегі майдың салмақтық үлесі $(J_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ ($J_{с.м.}$, J_c , $J_{мор.}$, $J_{к.м.}$ үшін ұқсас);

сүттегі ақуыздың салмақтық үлесі $(B_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ ($B_{мор.}$, $B_{к.м.}$ үшін ұқсас);

сүттегі СОМО салмақтық үлесі $(C_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ ($C_{с.м.}$, $C_{мор.}$, $J_{к.м.}$ үшін ұқсас);

сүт тығыздығы $(\rho \pm \delta)\%$, $P=0,95$ түрде ұсынады;

мұнда δ - $n=2$ үшін 1-кестеде көрсетілген абсолют кінәраттың шектері.

9.2 Өлшеулер нәтижелерін жазу кезінде үтірден кейінгі белгілер саны δ арналған белгілер санына сәйкесуі керек (1-кесте).

А қосымшасы
(анықтамалық)

Библиография

[1] Сүт пен басқа да сүт өнімдерін ультрадыбыстық әдіспен құрам мен тығыздық көрсеткіштеріне өлшеулер орындау әдістемесі. №ВНИМИ-01-2000. аттестатталғаны туралы куәлік МВИ №2420/230-00 от 21.08.2000ж.

[2] ТІШ 4215-002-01173145-97 Сүт сапасын талдағыш «Лактан 1-4». №13134-00.

ӘОЖ 637.11.001.4:006.354

МСЖ 67.080.20

КП ВЭД 15.33.14

Түйінді сөздер: ультрадыбыстық әдіс, талдағыш, ақуыздың салмақтық үлесі, майдың салмақтық үлесі, СОМО салмақтық үлесі, тығыздық, өлшеулер

Ескертпелер үшін



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО КОРОВЬЕ

**Методы испытаний по определению
показателей состава и плотности молока**

СТ РК 1483-2005

Издание официальное

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

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Республиканским государственным предприятием «Научно-производственный центр перерабатывающий и пищевой промышленности» Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан, Техническим комитетом по стандартизации «Продукты питания» - ТК №31.

2 ВНЕСЕН Министерством сельского хозяйства

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 28 декабря 2005 года № 498

4 Настоящий стандарт учитывает требования ГОСТ ИСО 5725-2003 «Точность методов анализа. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартного метода анализа путем межлабораторной проверки» в разделах 6 и 8.

5 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Республики Казахстан: "О техническом регулировании", "О защите прав потребителей", "О языках в Республике Казахстан", "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения", «О качестве и безопасности пищевых продуктов»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

**7 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2010 год
5 лет**

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	Сущность ультразвукового метода	2
4	Аппаратура, материалы и реактивы	3
5	Отбор и хранение проб	3
6	Подготовка и проведение измерений	3
7	Обработка результатов измерений	4
8	Контроль точности измерений	6
9	Оформление результатов измерений	7
Приложение А Библиография		8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО КОРОВЬЕ**Методы испытаний по определению показателей состава и плотности молока**

Дата введения 2007.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает ультразвуковые методы определения плотности, массовой доли жира, массовой доли белка и сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) в коровьем молоке.

Настоящий стандарт также может применяться при контроле качества сливок и мороженого.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 2.18-2003 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, аттестации и применения.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

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

ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения содержания влаги и сухого вещества.

ГОСТ 4495-87 Молоко цельное сухое. Технические условия.

ГОСТ 5867-90 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира.

ГОСТ 6709-72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 8764-73 Консервы молочные. Методы контроля.

ГОСТ 10970-87 Молоко сухое обезжиренное. Технические условия

ГОСТ 13264-88 Молоко коровье. Требования при закупках.

ГОСТ 13277-79 Молоко коровье пастеризованное. Технические условия.

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

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 22760-77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира

ГОСТ 23327-98 Молоко и молочные продукты. Метод измерения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25179-90 Молоко. Методы определения белка.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

Издание официальное

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ Р 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений.

3 Сущность ультразвукового метода

Ультразвуковой метод основан на измерении скорости ультразвука в молоке при двух различных температурах (40-43°C и 60-63°C) и на степени затухания ультразвуковых колебаний при прохождении их через продукт по ГОСТ Р 8.563-96.

Определение состава молока, сливок, мороженого и плотности молока производится с применением показаний ультразвукового анализатора «Лактан 1-4», [1].

Диапазоны измерений и границы относительной погрешности результатов измерений при доверительной вероятности 0,95 и числе параллельных определений приведены в таблице 1.

Таблица 1. Диапазоны измерений и границы относительной погрешности результатов измерений при доверительной вероятности 0,95 и числе параллельных определений

показатели	контролируемый объект	обозначение	диапазоны измерений	границы абсолютной погрешности (δ) при доверительной вероятности $P=0,95$ и $n=2$
массовая доля жира, %	молоко	J_M	0,5-6	0,15
	сухое молоко	$J_{C.M.}$	0,5-30	0,5
	сливки	J_C	10-30	0,5
	мороженое и	J_{MOP}	10-20	0,3
	концентрированное молоко	$J_{K.M.}$	10-20	0,3
массовая доля белка, %	молоко	B_M	1,5-3,5	0,25
	мороженое и	B_{MOP}	3-14	0,30
	концентрированное молоко	$B_{K.M.}$	3-14	0,30
массовая доля СОМО, %	молоко	C_M	6-12	0,4
	сухое молоко	$C_{C.M.}$	60-70	0,5
	сливки	C_{MOP}	12-48	0,6
	мороженое и концентрированное молоко	$C_{K.M.}$	12-48	0,6
Плотность, $кг/м^3$	молоко	ρ_M	1000-1040	0,5

П р и м е ч а н и е: При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:

- температура анализируемого продукта, в зависимости от вида продукта, не выше $25 \pm 5^\circ C$;
- температура окружающего воздуха $20 \pm 5^\circ C$;

- относительная влажность воздуха до 80 % при температуре 30°C;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

4.1 Ультразвуковой анализатор молока «Лактан 1-4» для измерения массовой доли жира, белка, СОМО и плотности молока по [2].

Баня водяная термостатируемая с обогревом, позволяющая поддерживать температуру $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ и $(45 \pm 2)^\circ\text{C}$ для проб молока и сухого молока.

Термометр жидкостный с диапазоном измерения, включающим значения 25°C и 45°C , и ценой деления шкалы 1°C по ГОСТ 28498 (для проб молока).

Колба КН-3-1000-50 ТС по ГОСТ 25336 (для проб молока).

Весы лабораторные 3-го класса точности с НВП 160г и ценой поверочного деления шкалы 0,005 г по ГОСТ 24101 (для проб сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).

Стакан В -1-50 ТС и В-1-250 ТС по ГОСТ 25336 (для анализа сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).

Колба 1-100-2 по ГОСТ 1770 (для анализа сухого молока).

Воронка В-25-38 ХС по ГОСТ 25336 (для анализа сухого молока).

Палочка стеклянная длиной 100-120 мм. и диаметром 1-3 мм. (для анализа сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).

Термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерения от 0°C до 100°C с ценой деления шкалы 1°C по действующим нормативным документам (для анализа сухого молока).

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 (для анализа сухого молока).

Гомогенизатор лабораторный клапанный с давлением гомогенизации не менее 5 МПа (для анализа сухого молока).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Жидкое средство для мытья посуды бытовое.

4.2 Допускается применение другой аппаратуры и других материалов, технические и метрологические характеристики которых не хуже указанного.

5 Отбор и хранение проб

5.2.1 Отбор проб молока, их хранение и подготовку к анализу проводят по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809. Допускается консервирование проб бихроматом калия.

5.2.2 Отбор проб сухого молока проводят по ГОСТ 3622.

5.2.3 Отбор проб сливок и хранение их производят по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809. Допускается консервирование бихроматом калия.

5.2.4 Отбор проб мороженого и концентрированного молока, хранение их проводят по ГОСТ 3622

Измерению (анализу) подвергается жидкая смесь для мороженого перед заморозкой.

6 Подготовка и проведение измерений

6.1 Каждая группа из n измерений, относящихся к одному уровню, должна осуществляться в условиях повторяемости, т.е. в пределах короткого интервала времени и одним и тем же оператором, а также без какой бы то ни было промежуточной перекалибровки аппаратуры промежуточного характера.

6.2 Подготовку анализатора к работе проводят согласно руководства по эксплуатации, прилагаемого к прибору.

6.3 Подготовка пробы

6.3.1 Подготовка пробы молока

При наличии слоя отстоявшегося сливок молоко нагревают в водяной бане до температуры $(45 \pm 5)^\circ\text{C}$ и тщательно перемешивают путем переливания из сосуда в сосуд (не менее 3-х раз).

Затем пробу охлаждают до температуры $(22 \pm 4)^\circ\text{C}$.

6.3.2 Подготовка пробы сухого молока.

Дистиллированную воду нагреть на электрической плитке до температуры $40-42^\circ\text{C}$.

Подготовить прибор к измерению согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Нагреть водяную баню до температуры 45°C .

Стакан вместимостью 50см^3 помещают на чашку весов и уравнивают. В стакан помещают испытуемый продукт (сухое молоко) до достижения массы образца $12,50\text{г}$. Полученную навеску при помощи воронки и стеклянной палочки переносят в мерную колбу.

Стакан не менее 3 раз ополаскивают теплой водой (приблизительно 20см^3), переливая каждый раз ополоски в мерную колбу вместимостью 100см^3 . Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают до полного растворения молока.

Полученную таким образом пробу нагревают на водяной бане до температуры $40-42^\circ\text{C}$ и гомогенизируют при помощи лабораторного гомогенизатора. Затем пробу охлаждают до комнатной температуры.

6.3.3 Подготовка проб сливок

Предварительная подготовка к измерению производится по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

Пробу анализируемых сливок с массовой долей жира от 10 до 20% нормализуют обезжиренным молоком одним из следующих способов:

1 если сливки предположительно должны содержать массовую долю жира не менее

20%, то 20г . сливок нормализуют 80г . обезжиренного молока. Масса нормализованного молока $20\text{г} + 80\text{г} = 100\text{г}$;

2 если сливки предположительно должны содержать массовую долю жира 20% и более, то 10 г . сливок нормализуют 90г . обезжиренного молока. Масса нормализованного молока $10\text{г} + 90\text{г} = 100\text{г}$;

П р и м е ч а н и е: Для сливок меньшей жирности используют способ подготовки пробы для молока.

6.3.4 Подготовка проб мороженого и концентрированного молока.

Предварительная подготовка к измерению производится по ГОСТ 3622.

Поместить на чашку весов стакан и уравновесить его. В стакан поместить $20,0\text{г}$. концентрированного молока или $10,0\text{г}$. жидкой смеси для мороженого. Затем в стакан поместить $20,0\text{г}$. (при анализе концентрированного молока) или $30,0\text{г}$. (при анализе мороженого) воды и тщательно перемешать.

6.3.5 Подготовленную пробу помещают в приемное устройство прибора.

Через 2,5-3,5 минут считывают результаты анализа с показывающего устройства прибора.

6.3.6 При анализе проб, значения измеряемых величин, перечисленных в таблице 1, снимаются непосредственно по показаниям анализатора, [1].

6.3.7 По окончании измерений прибор промывают водой и моющим средством согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

7 Обработка результатов измерений

7.1 В сухом молоке массовую долю жира вычисляют по формуле:

$$Ж_{с.м.} = Ж_{г.} \times \frac{(100 - B)}{12,5} \quad (1)$$

где: $Ж_{с.м.}$ - массовая доля жира в сухом молоке, (%);

$Ж_{г.}$ - массовая доля жира в гомогенизируемой пробе согласно показаниям прибора, %;

B - масса влаги в 100г. сухого молока согласно паспортным данным или измеренная по ГОСТ 8764, г.;

12,5 - масса навески сухого молока, г.

Аналогичным образом вычисляют массовую долю СОМО (сухого обезжиренного молочного остатка), ($С_{с.м.}$), заменяя массовую долю жира $Ж_{г.}$ в формуле массовой долей СОМО, полученной согласно показаниям прибора.

7.2 В сливках массовую долю жира вычисляют по формуле:

$$Ж_{с.} = \frac{M_{н.с.}}{M_{с.}} \times (Ж_{н.с.} - Ж_0) + Ж_0 \quad (2)$$

где: $Ж_{с.}$ - массовая доля жира в сливках, (%);

$M_{н.с.}$, $M_{с.}$ - массы нормализованной смеси и анализируемых сливок;

$Ж_{с.}$, $Ж_{н.с.}$, $Ж_0$ - массовая доля жира в анализируемых сливках, нормализованной смеси, обезжиренного молока, %;

При этом $\frac{M_{н.с.}}{M_{с.}} = 5$, если $Ж_{с.} < 20\%$; (3)

$$\frac{M_{н.с.}}{M_{с.}} = 10, \text{ если } Ж_{с.} \geq 20\%. \quad (4)$$

Пример 1

Анализируемые сливки предположительно должны содержать массовую долю жира около 10%. 20г. сливок нормализуют 80г. обезжиренного молока. В результате измерений на приборе массовая доля жира в нормализованной смеси получается равной $Ж_{н.с.} = 2,00\%$; массовая доля жира в обезжиренном молоке $Ж_0 = 0,05\%$. Подставляя эти значения в формулу (2), получаем массовую долю жира анализируемых сливок:

$$Ж_{с.} = 5 \cdot (2,00 - 0,05) + 0,05 = 9,80\% \quad (5)$$

Пример 2

Анализируемые сливки предположительно должны содержать массовую долю жира около 25%. 10г. сливок нормализуют 90г. обезжиренного молока. В результате измерений на приборе массовая доля жира в нормализованной смеси получается равной $Ж_{н.с.} = 2,5\%$; массовая доля жира в обезжиренном молоке $Ж_0 = 0,05\%$. Подставляя эти значения в формулу (2), получаем массовую долю жира анализируемых сливок:

$$Ж_{с.} = 5 \cdot (2,50 - 0,05) + 0,05 = 24,55\% \quad (6)$$

Примечание: Значения $Ж_{с.}$ приведены без округления (п. 8.1)

7.3 В мороженом и концентрированном молоке массовую долю жира вычисляют по формулам:

$$Ж_{мор(к.м.)} = \frac{M_{нс}}{M_{мор(к.м.)}} \times Ж_{нс} \quad (7)$$

где: $Ж_{мор(к.м.)}$ - массовая доля жира в мороженом и концентрированном молоке, (%);
 $M_{нс}$, $M_{мор(к.м.)}$ - массы нормализованной смеси и анализируемого продукта (мороженого или концентрированного молока), г.;

$Ж_{нс}$ - измеренное значение массовой доли жира нормализованной смеси, %;

- для концентрированного молока
$$\frac{M_{нс}}{M_{мор(к.м.)}} = 2 \quad (8)$$

- для мороженого
$$\frac{M_{нс}}{M_{мор(к.м.)}} = 4 \quad (9)$$

Аналогичным образом вычисляют массовую долю СОМО (сухого обезжиренного молочного остатка) ($C_{мор(к.м.)}$) и белка ($B_{мор(к.м.)}$), заменяя массовую долю $Ж_{нс}$ в формуле (5) массовой долей СОМО ($C_{нс}$) и массовой долей белка ($B_{нс}$), полученными по показаниям прибора.

7.4 За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Разность между результатами определений не должна превышать значений, указанных в разделе контроля точности метода.

8 Контроль точности измерений

8.1 При выполнении каждого измерения контролируют сходимость результатов параллельных определений, полученных для двух проб.

Два результата испытаний должны быть получены в условиях повторяемости. Затем значение абсолютной разности между двумя результатами испытаний должно сравниваться с пределом повторяемости $r=2,8\delta$.

Если абсолютное значение разности между двумя результатами испытаний не превышает r , то оба результата считаются приемлемыми, и конечный заявленный результат является их средним арифметическим. Если же абсолютное значение разности превышает значение r , то лаборатории следует получить еще 2 результата. Если размах ($x_{max} - x_{min}$) четырех результатов испытаний равен или меньше критического размаха при 95%-ном уровне доверительной вероятности для $n=4$, $P=0,95$ (4), то среднее арифметическое четырех результатов должно указываться как конечный заявленный результат.

Допускаемые значения разности между результатами двух параллельных определений приведены в таблице 2 (при доверительной вероятности 0,95).

Таблица 2. Допускаемые значения разности между результатами двух параллельных определений

показатели	контролируемый объект	норматив контроля сходимости результатов определений
массовая доля жира, %	молоко	0,17
	сухое молоко	0,8
	сливки	0,8
	мороженое и концентрированное молоко	0,4
массовая доля белка, %	молоко	0,28
	мороженое и	0,70
	концентрированное молоко	0,33
массовая доля СОМО, %	молоко	0,5
	сухое молоко	0,7
	мороженое и	0,8
	концентрированное молоко	
Плотность, кг/м ³	молоко	0,6

8.2 Контроль точности метода проводят периодически, не реже 1 раза в три месяца.

При этом используют контрольные пробы исследуемых продуктов, в которых значение массовой доли жира определяется по ГОСТ 22760, значение доли СОМО – по ГОСТ 3626, значение массовой доли белка – по ГОСТ 23327, значение плотности - по ГОСТ 3625.

Контрольные пробы хранят не более 4 часов.

Проверяют выполнение следующего условия (пример для жира в молоке):

$$(J_M)_{изм.} - (J_M)_K \leq \delta \quad (10)$$

где: $(J_M)_{изм.}$ – значение массовой доли жира, полученное при проведении измерений в соответствии с данным методом, %.

$(J_M)_K$ - значение массовой доли жира в контрольной пробе, %.

8.3 В том случае, если условие не выполняется, выявляют причину несоответствия и проводят повторные измерения.

8.4 При получении неудовлетворительных результатов повторных измерений анализатор направляют в ремонт.

Любая предварительная проверка оборудования должна соответствовать установленной для стандартного метода.

9 Оформление результатов измерений

9.1 Результаты измерений представляют в виде:

массовая доля жира в молоке $(J_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ (аналогично для $J_{с.м.}$, J_c , $J_{мор.}$, $J_{к.м.}$);

массовая доля белка в молоке $(B_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ (аналогично для $B_{мор.}$, $B_{к.м.}$);

массовая доля СОМО в молоке $(C_M \pm \delta)\%$, $P=0,95$ (аналогично для $C_{с.м.}$, $C_{мор.}$, $J_{к.м.}$);

плотность молока $(\rho \pm \delta)\%$, $P=0,95$;

где δ - границы абсолютной погрешности, указанные в таблице 1 для $n=2$.

9.2 Количество знаков после запятой при записи результатов измерений должно соответствовать количеству знаков для δ (Таблица 1).

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] Методика выполнения измерений показателей состава и плотности молока и других молочных продуктов ультразвуковым методом №ВНИМИ-01-2000. свидетельство об аттестации МВИ №2420/230-00 от 21.08.2000г.

[2] ТУ 4215-002-01173145-97 «Лактан 1-4» анализатор качества молока. №13134-00.

УДК 637.11.001.4:006.354

МСЖ 67.080.20

КП ВЭД 15.33.14

Ключевые слова: ультразвуковой метод, анализатор, массовая доля белка, массовая доля жира, массовая доля СОМО, плотность, измерения

Для заметок

Басуға _____ қол қойылды Пішімі 60×84 1\16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы 20 дана. Тапсырыс 291

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Есілдің сол жағалауы,
«Эталондық орталық» ғим., № 35 көше, 11 үй, 86 бөлме