



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

**Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық
әдісімен анықтау (бақылау әдісі)**

2-бөлім

Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

**Определение содержания жира гравиметрическим методом
Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)**

Часть 2

Мороженое и смеси для мороженого

КР СТ ИСО 8262-2-2009

*ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods –
Determination of fat content by the Weibull-Bernrtrop gravimetric method
(Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (IDT)*

Ресми басылым

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

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

**Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық
әдісімен анықтау (бақылау әдісі)
2-бөлім
Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар**

ҚР СТ ИСО 8262-2-2009

*ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods –
Determination of fat content by the Weibull-Bern trop gravimetric method
(Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (IDT)*

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кесіпорны және «Технолог» № 44 стандарттау бойынша техникалық комитеті («Эксперт-Консалтинг» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі) **ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2009 жылғы 17 тамыздағы № 418-од бүйрығымен **БЕКІТІЛПІ ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗЛІДІ**

3 Осы стандарт мәтін бойынша көлбейу әріптермен белгіленген қосымша талаптармен бірге ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (Сүт өнімдері және сүт негізіндегі тағам өнімдері. Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық әдісімен анықтау (бакылау әдісі). 2-бөлім. Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар) халықаралық стандартына сәйкес

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының, «Сүт және сүт өнімдері қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінің нормалары іске асырылды

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ

2014 жыл
5 жыл

6 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗЛІДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы акпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» акпараттың көрсеткіштерінде, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» акпараттың көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандарттың қайта қаралған (жойған) немесе ауыстырылған жағдайда тиісті акпарат «Мемлекеттік стандарттар» акпараттың сілтемесінде жария етіледі.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының ресми басылым ретінде толыктай және жартылай басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

Мазмұны

	Кіріспе	IV
1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әдістің маңыздылығы	2
4	Реактивтер мен материалдар	3
5	Құралдар	3
6	Үлгілерді іріктеу	5
7	Бақылауды өткізу тәртібі	5
7.1	Үлгілерді дайындау	5
7.2	Үлгінің жұмысшы бөлігі	6
7.3	Бақылау сынақтары	7
7.4	Шайғындау күтінің дайындау	7
7.5	Анықтама	7
8	Бақылау нәтижелерін өндіру	9
9	Әдістің дәлдігі	9
9.1	Зертханааралық сынақтар	9
9.2	Қайталаңғыштығы	9
9.3	Өндірімділігі	10
10	Процедураға берілетін ескертпелер	10
10.1	Еріткішті және сүзгіш қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары	10
10.2	Бақылау сынақтары	11
11	Бақылау нәтижелерін рәсімдеу	11

Кіріспе

Осы стандарттарт сүт, сүт өнімдеріндегі және сүт негізіндегі тағам өнімдерінің майдың құрамын гравиметрикалық анықтауға барлық ықтимал шамаларымен бірге үйлестіретін бақылау әдістерімен қатар өндіретін құрылым ішінде дайындалды. Осы әдістер Роше-Готлиб (RG) әдісі, Вейбулл-Бернтроп (WB) әдісі немесе Шмидт-Бондзынски-Рацлаф (SBR) принципінде негізделеді.

WB принципінде негізделген әдісіне, құрамында көкөністердің жоғары деңгейі, жұмыртқа сарысы, эмульгаторы және т.б. болатын сүт және балмұздак және балмұздакқа арналған қоспалардың басқа түрлеріне колданылатын осы стандарт мына себептері бойынша таңдалған болатын:

- RG әдісі майдың жеткіліксіз бөлінуі себебі болатын және сәйкесінше май құрамының өте тәменгі мәнін көрсететін жоғарыда аталған ингредиенттердің жоғары деңгейіне байланысты ынгайсыз;

- SBR әдісі қышкыл гидролиздегі эфирлік – шайғындайтын құрауыштардың артуына кабілетті және сәйкесінше май құрамының өте жоғары мәнін көрсететін көміртектің жоғары құрамына байланысты ынгайсыз;

- WB процедурасы сондай-ақ қышкыл гидролизін косады, қышкыл гидролизі сүзіліп шайылғанға дейін эфирлік – шайғындау құрауыштар жағынан зиянды болып табылмайды, ал сүзгіштегі көптірілген тұнбада құрауыштар, шайғындалатын петролейн эфир болмайды;

Бастапкы Вейбулл әдісі нанға арнап әзірленген болатын, осы стандартта көрсетілген әдісті Бернтроп әзірлеген болатын. Осы әдіс тاماқ өнімдерінің көптеген түрлеріндегі майдың құрамын анықтау үшін кең қолданылады.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СҮТ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ СҮТ НЕГІЗІНДЕГІ ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ

**Майдың құрамын Вейбулл-Бернтроптың гравиметрикалық
әдісімен анықтау (бақылау әдісі)**

2-бөлім

Балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалар

Енгізілген күні 2010-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт Роше-Готлиб әдісі қолданылмайтын (құрамында тұрактандырылғыш және коюландырылғыш деңгейі жұмыртқа сарысы немесе көкөністер немесе осы консистенция құрамы өте жоғары өнімдері үшін) балмұздақ және балмұздаққа арналған қоспалардағы майдың құрамын анықтаудың бақылау әдісін белгілейді.

ЕСКЕРТПЕ Құрамында жоғарыда аталған ингредиенттер болмайтын немесе аздал болатын балмұздақ және сүт негізінде балмұздаққа арналған қоспалар ИСО 7328 сәйкес RG принциптерін пайдаланатын әдіспен белгіленуі мүмкін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының Техникалық реттімей жүйесі. Қазақстан Республикасында шет мемлекеттердің халықаралық, өтірлік және ұлттық стандарттарын, басқа да стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

*ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85)
Зертханалық өлшегіш шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, тамишуырлар. Жалты техникалық шарттар.*

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

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшег әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 1-бөлім. Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 2-болім. Өлшеудің стандарттық әдісінің қайталаңыштығы мен өндірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 3-болім. Өлшеудің стандарттық әдісі прецизиялығының аралық көрсеткіштері

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 4-болім. Өлшеудің стандарттық әдісінің дұрыстығын анықтаудың негізгі әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 5-болім. Өлшеудің стандарттық әдісінің прецизиялығын анықтаудың балама әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және прецизиялығы) 6-болім. Практикады дәлдік мәннің пайдалану.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сұзгін қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалты техникалық талаптар.

ГОСТ 26809-86 Сүт және сүт өнімдері. Қабылдау ережесі, іріктеу әдістері және талдауға сынамаларды дайындау.

ИСО 7328-2008 Балмұздақ және сүт негізіндегі балмұздаққа арналған коспалар. Майдың құрамын анықтау. Гравиметрикалық әдіс (Бақылау әдісі).*

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарнапланған тиісті ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың колданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты жетекшілікке алған дұрыс. Егер сілтеме құжат ауыстырылмай жойылған жағдайда, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге қатысы болмайтын болікте колданылады.

3 Әдістің маңыздылығы

Улті тұз кышқылы ерітіндісімен қайнату кезінде буланады. Содан кейін майлы заттарды алу үшін ГОСТ 12026 бойынша суланған сұзгіш қағаз арқылы сүзіледі, майдан кейін н-гексан немесе петролейн (кайнауы төмен) эфирді пайдаланып, күргақ сұзгіш қағаздан алынады. Еріткіш дистилляциялау немесе булау арқылы шығарылады, ал алынған заттар елшеннеді. Осы әдіс Вейбулл-Бернтроп принципі ретінде белгілі.

* ҚР СТ I.9 сәйкес колданылады.

4 Реактивтер мен материалдар

Аталған әдіспен сынақ жүргізу кезінде көзге көрінетін тұнба қалдырмайтын реактивтер мен материалдарды пайдаланады, сондай-ақ тазартылған су немесе ионсыздандырылған су немесе тиісті тазалық денгейіндегі су колданылады:

- шамамен 20 % (салмақтық үлесі) HCl, p_{20} шамамен 1,10 г/см³ болатын сұйытылған тұз қышқылы.

100 см³ суға концентрацияланған тұз қышқылын ($p_{20} = 1,18$ г/см³) сұйылту керек және араластыру керек;

- судан бос шайғындау еріткіш: и-гексан немесе петролейн (қайнау тәмем) 30 °C бастап 60 °C дейін қайнау температурасы болатын эфир.

Болінген еріткіш сапасын тексеру үшін 7.4 сәйкес алдын ала өнделген шайғындау құтынан алынған 100 см³ еріткішті сұзу керек. Салмағын тексеру үшін сондай тәсілмен тазартылған бос шайғындау құтыны пайдалану керек (10.1 қараныз). Еріткіш 1,0 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс.

Егер еріткіш белгіленген талаптарға сәйкес келмесе, онда еріткішті араластырып немесе тазалау керек;

- сапасы орта, майсыздандырылған, бүрмеленген, диаметрі 150 мм сұзгіш қағаз.

Сұзгіш қағаз сапасын тексеру еріткішті пайдалана отырып, 7.3 сәйкес өткізеді. Салмағын тексеру үшін (10.1 қараныз) 7.4 бойынша алдын ала өнделген бос экстрактты құтыны пайдалану керек. Еріткіш 2,5 мг артық тұнба қалдырмауға тиіс.

Сәйкес келмейтін сұзгіш қағазды мыналармен ауыстыруға рұқсат етіледі.

- көк лакмус қағазы;

- диатом жер (міндетті емес; 7.5.3 қараныз);

- тазартылған лактоза (міндетті емес; 7.5.3 қараныз);

- кептірілген және 1,5caf бойы еріткіш эссенциясымен майсыздандырылған шитті – мақта.

5 Құралдар

ЕСКЕРТПЕ Электрлік құралдарды колдану кезінде ұшатын, ертке қауіпті еріткіштерді пайдалану осындай еріткіштерді пайдалану қаупімен байланысты заннаманы сактауға талап етеді.

Сынақ мынадай құралдармен өткізіледі:

а) аналитикалық таразылар ГОСТ 24104 бойынша;

б) шайғындау апараты, үздіксіз немесе жартылай үздіксіз. Мысалы, сифон көлемі 40 см³ бастап 60 см³ дейін шайғындағыш, сыйымдылығы 150 см³ болатын шайғындау құтынан және кептірігіш патронға немесе мақта

сынамасына сәйкес келетін қолданылып жүрген суландыратын конденсатордан тұратын Сокслет типін пайдалану;

в) сыйымдылығы 150 см³ тұбі жалпақ және мойны қысқа шайғындау құты, ГОСТ 1770 бойынша;

г) шайғындау аппаратын қолдану үшін ішкі диаметрі 22 мм және сыртқы ұзындығы 80 мм болатын көрінетін түнбаға мүмкіндік туғызатын майсыздандырылған сүзгіш қағаз, шыны, алюминий немесе PTFE¹⁾ немесе целлюлоза, жеке қабаттан жасалған сығынды ұштары;

д) температураны ұстайтын су моншасы:

1) 40 °C бастап 60 °C дейін,

2) 30 °C бастап 40 °C дейін;

е) шайғындау аппаратына арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, термо реле көмегімен реттелетін су моншасы, құмды монша немесе плиткаларды пайдалану;

ж) шыны моншақ немесе сынбаған, тесік емес фарфор тіліктері немесе кремний карбиды сияқты қайнатуға арналған майсыздандырылған қосалқы құралдар.

и) Либих типіне басым қолданылатын суландыратын конденсаторға сәйкес келетін сыйымдылығы 250 см³ конус тәрізді құты;

к) конденсаторға сәйкес келетін конус құтын қыздыруға арналған қыздырғыш аппарат. Мысалы, сым торы және газ шілтері, электрлік плитка немесе құмды моншаны пайдалану;

л) сүзгіш құйғы бүрмеленген сүзгіш қағазды пайдалану кезінде ынгайлы;

м) сыйымдылығы 100 см³ және 250 см³ шүмелі бар өлшектер;

н) 100 °C аспайтын температура кезіндегі құтыдан алынған еріткішті мукият дистилляциялауға арналған;

п) барлық жұмыс кеністігі бойынша (102 ± 2) °C температурада ұстап тұратын желдеткіш тесігі толық ашық, электрлік қыздырылатын кептіріш шкаф.

Шкаф қолданылатын термометрге сәйкес келуге тиіс;

р) сыйымдылығы 50 см³, 100 см³ және 250 см³ өлшегіш цилиндр;

с) сүзгіш қағазды және ұштарын ұстап тұруға арналған металдан жасалған қысқыш;

т) сүзгіш қағазды және ұштарын ұстап тұруға арналған ұшы жалпак пинцет;

у) бөлу бағамы 1 мин болатын сағат.

1) Политетрафторэтилен.

6 Үлгілерді іріктеу

Сыналатын үлгілер зертханаға жіберілуге тиіс. Тасымалдау немесе сактау кезінде үлгілер закымдалмауға тиіс.

Үлгілерді іріктеу ГОСТ 3622, ГОСТ 26809 сәйкес жүргізіледі.

Барлық сүйық және тұтқыр үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедура басталу уақытына дейін 2°C - 4°C температурада сакталуға тиіс. Қымталған ыдыста немесе құтыда сактау кезінде үлгілерді 20°C төмен температурада сактау керек.

Мұздатылған үлгілер үлгілерді іріктеу уақытынан бастап процедура басталу уақытына дейін 18°C артық емес температурада сақталуға тиіс.

7 Бакылауды өткізу тәртібі

7.1 Үлгілерді дайындау

7.1.1 Балмұздак

Мұзды емес сипатты кез келген қабатты жылжытқаннан кейін үлгілерді тілімдерге кесу керек.

Көп қабатты өнімнің әр қабатындағы майдың құрамын анықтау үшін мұздатылған қабатты бөлу керек. Сынау үшін әрбір қабатынан бөлек сыналатын үлгілерді дайындау мына тәсілмен өткізіледі.

Жалпы салмагы 100 г (мүмкіндік болса) бірнеше тілімдер таңдалып іріктеледі. Жабық миксерде тілімдер зертханалық температурага дейін жібуге тиіс. Таза өнімді шамамен 2 минут, ал қатты бөлшектері болатын өнімдерді (мысалы, жаңғақ, қатты карамель тіліктер) біркелкі қоспа алғанға дейін кемінде 7 минут араластыру керек.

Температура жібү және араласу кезіндегі кез келген уақытта 12°C аспауға тиіс.

Егер майдың бөлініуі немесе «араласу» болса, қоспаны ауыстыру және араластыру қысқа уақытын пайдаланып дайындық процесін қайталау керек.

Араластырыған үлгілерді тиісті қымталған контейнерге қояды және сынақты 1 сағат бойы жалғастырады.

7.1.2 Балмұздакқа арналған сүйық қоспалар

Араластырып, контейнерді аудару керек. Контейнерді ашып, затты екінші контейнерге (аяу өтпейтін қақпакпен жабылған) ақырындан құяды және бірінші контейнердің қабырғаларына және бетіне жабысатын кандай да бір май немесе құрамы басқа үлгіге қосу туралы қамтамасыз ете отырып, қайта тасымалдап араластырады. Егер затта кесек немесе ингредиент бөлшектері бар болса, оларды тиісті қоспалашуышпен гомогендеу керек. Затты екінші контейнерге мүмкіндігінше толық орналастыру керек. Содан кейін осы контейнерді жабу керек.

Қажет болған жағдайда жабық контейнер 40 °С бастап 60 °С дейінгі температурада су моншасында орнатылады. Контейнерді әрбір 15 минут сайын алып шайқау керек. 2 сағаттан кейін контейнер алынады және бөлме температурасында салқындастылады. Қақпақты ашу керек және қасықпен немесе қүрекшемен (майы бөлінген кезде ұлғі сыналмайды) жақсылап араластырады.

Затты екінші контейнерге мүмкіндігінше толық орналастыру керек. Содан кейін осы контейнерді жабу керек.

7.1.3 Тұтқыр өнімдер.

Контейнерді ашу керек және ішіндегі құрамды қасықпен немесе қүрекшемен араластыру керек. Мүмкіндігінше жақсы араласатында етіп жоғары және төмен айналмалы қозғалысты пайдаланады. Бірінші контейнердің қабырғаларына және бетіне жабысатын қандай да бір май немесе құрамы басқа ұлғіге қосу туралы қамтамасыз ету керек. Егер затта кесек немесе ингредиент бөлшектері бар болса, оларды тиісті қоспалуышпен гомогендеу керек. Аяқталысымен ұлғіні екінші контейнерге мүмкіндігінше толығымен салып жабу керек.

Егер қажет болса, 30 °С бастап 40 °С дейінгі температурадағы су моншасында жабық контейнер орналастыру керек. Контейнерді алып, сыртқы жағын сұртіп, ашу керек. Контейнердің ішкі жағында жабысқан құрамды қырып тазалау керек, жақсылап араластыру үшін жеткілікті түрде тамакқа салып, барлық салмақ біркелкі болғанға дейін араластыру керек.

Ұлғіні екінші контейнерге мүмкіндігінше толық салып, оны жабу керек.

7.1.4 Құрғақ өнімдер

Контейнерді көп айналдырып және қайта айналдырып мұқият салу керек. Қажет болған жағдайда ұлғіні осы процесті орындауға рұқсат ету үшін тиісті сыйымдылықпен орнатылған ауа өтпейтін контейнерге салады.

Егер өнімде кесек немесе ингредиент бөлшектері әлі бар болса, оларды тиісті қоспалуышпен гомогендеу керек.

7.2 Ұлғінің жұмысшы бөлігі

Ұлғіні контейнерді шайып (қою, тұтқыр немесе құрғақ өнімдер болса) немесе бірнеше рет шао арқылы үш-төрт рет (сүйық өнімдері болса) араластыру керек және бірден шамамен 1 мг конустық құтыда өлшеу керек, 3 - 20 г дейінгі ұлғі 3 - 3,5 г қатты затқа сәйкес келеді. Жұмысшы бөлігінде осы талаптарды қанағаттандыру үшін 1,0 г аспайтын май болуы керек, кіші жұмысшы бөлік қажет етілуі мүмкін.

Жұмысшы бөлік конустық құтының түбіне мүмкіндігінше толығымен жетуге тиіс.

7.3 Бақылау сынақтары

Бақылау сынақтары бірдей процедураны және бірдей реактивтерді пайдаланып, анықтаумен бір мезгілде, 25 см^3 сүмен сұйытылған жұмыс бөлігінің орнын басып өткізіледі.

7.4 Шайғындау құтыны дайындау

Шайғындау кезінде және кейіннен 102°C температурада 1 сағ кептіргіш шкафта еріткішті құю кезінде ақырын қайнауына әсер етей үшін етіп, қайнауға арналған бірнеше қосалқы құралы болатын құтыны кептіру керек.

Құты 18°C до 23°C температура кезінде 30 минут (шаңнан қорғала отырып) салқындауға туіс.

Жеткіліксіз салқындауды немесе қатты салқыннатуды болдырмау керек, құтыны кептіргіш шкафта қоюға рұқсат етілмейді.

Қыскыши көмегімен құтыны таразыда қояды және $0,1 \text{ mg}$ дейінгі дәлдік дейін өлшейді.

7.5 Анықтама

7.5.1 Температурасы 30°C суды жалпы көлемі 25 см^3 (4 моль/дм^3 тұз қышқылы ерітіндісін алу үшін) болғанға дейін үлгінің жұмысшы бөлігіне қосады және жақсылап шаю керек.

7.5.2 50 моль/дм^3 тұз қышқылы ерітіндісін жұмысшы үлгінің сұйытылған бөлігіне қосу кезінде конус тәрізді құтының қабырғасын шая отырып, қосады және мұқият шайқап арапастыру керек. Дефлегматорлы құтыны қосып, құтыны қайнау кезіне дейін қыздыру керек, содан кейін айналмалы қозғалыспен 30 минут қайнату керек.

7.5.3 150 см^3 ыстық сүмен (кемінде 80°C) 75 см^3 бөлігімен конденсатордың ішкі жағын жуады, конденсатордан конус тәрізді құтыны алады және мойны мен қабырға ішін жуатындау етіп, құтыға ыстық су қосады. 1 г диатом жерін немесе шамамен 100 см^2 майсыздандырылған сұзгіш қағаз қосуға рұқсат етіледі, беліктерге беліп, сұзгіш жылдамдығын арттыру керек. Осы әдіс майсыздандырылған құрғақ заттың құрамы төмен болғанда ерекше ұсынылады.

ЕСКЕРТПЕ Сұзгіш жұмысшы үлгінің сұйытылған бөлігіне 1 г таза лактоза қосып жақсартылуы мүмкін.

7.5.4 Бүрмеленген сұзгіш қағаз арқылы құйғы сұзгішіне құйылған ыстық суда толығымен суланған шыны штабикте сұйықты құя отырып, құты құрамын бірден сұзу керек. Құтыны сұзгіш қағаздың мөлшері бойынша шыны штабиктерден жасалған қосалқы құралдары болатын ыстық сүмен үш рет толық шаю керек. Сонында лакмус қағаз түссіз құрамды көрсеткенге

дейін оны шая отырып, сұзгіш қағазды ыстық сумен ұш рет шаю керек. 400 см³ артық су қолдануға болмайды. Сұзгіш қағазды суағарға жіберу керек.

7.5.5 Қысқышты пайдалана отырып сұзгіш қағазды құйғыдан алады және қағаздың жоғары жағы жиегінен 20 мм төмен құратындағы етіп шайғындау оймағына салады. Оймакты 100 см³ зертханалық стаканға салады.

7.5.6 Стакан және оның ішіндегісін қыздырады және шыны штабикті конус тәрізді құтыны кептіріш шкафта қою керек және 102 °C температурада 1 немесе 1.5 сағатқа толығымен қалдырады. Стакан мен шыны штабигі болатын конус тәрізді құтыны пештен шығарып және оны салқындау керек.

Сұзгіш қағаз жақсы кептірілген болуға тиіс, әйтпесе майдың салдарынан толығымен шайғындалмайды. Суда еритін құрамы арқылы ылғал сұзгіш қағаз және уздіксіз шайғындау кезінде тамшылар сығындыға өтуі, демек, май құрамының коныр түсі және жоғары көрсеткішінің себебі болуы мүмкін.

7.5.7 Оймакты қысқышпен ұстап, оны майсыздандырылған макта сыналасымен мұқият тығындау және сығындағышқа қою керек. 100 см³ п-гексан немесе петролейн әфирін өлшегіш цилиндрде өлшеу керек; дайындалған шайғындау құтында жууды жүргізе отырып, зертханалық стакан және конус тәрізді құты және шыны штабиктің ішкі жағын қысқыш төбесін жуу кезінде ерітінді порциясын колдану керек. Құты мойнын ішкі жағын жуу үшін шайғындау құтына еріткіш қалдығын қосу керек.

7.5.8 Шайғындау құтыны оймакты ұстай отырып шайғындағышпен қосу керек, шайғындағышты дефлегматормен қосу керек және оймақ және оның ішіндегісі шайғындалатындағы етіп құтыны шамамен 4 сағат қыздыру керек, кемінде 1000 см³ еріткішпен (20 сифон).

7.5.9 Құты мойнының ішкі жағын және аздаған еріткіш мөлшерімен конденсаторы ұшын шая отырып, шайғындау аппаратынан шайғындау құтыны алу керек. Содан кейін құтыдан мұқият тазарту керек. Егер су моншасы қолданылатын болса, онда кез келген су жағындыларын жоя отырып, құтының сыртқы жағын сұрту керек.

7.5.10 Шайғындау құтыны (түсіру үшін еріткіш буын өткізу үшін оның жағында орналасқан) кептіріш шкафта қыздыру керек, 102°C температурада 1 сағатқа қалдыру керек. Шайғындау құтыны пештен алып, бөлме температурасында (шандан қорғай отырып кептіріш пеште емес) салқындау керек (кемінде 30 минут) және 0,1 мг дәлдікке дейін өлшеу керек.

Құтыны өлшегенге дейін сұрту керек. Құтыны қысқышты қолдана отырып (әсірепе температура түсін болдырмау үшін) таразыда қою керек.

7.5.11 Операцияны 7.5.10 бойынша салмағы 1,0 мг немесе одан кем немесе одан артық болу кезінде дейін екі кейінгі өлшеулер арасында қайталау керек. Құты салмағы сияқты шайғындау затының минималды салмағын тіркеу керек.

8 Бакылау нәтижелерін өндөу

Салмактық үлесі пайызбен өрнектелген w майдың кұрамы (1) формула бойынша теңестіріледі:

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

мұндағы m_0 - үлгінің жұмыс бөлігінің салмағы (7.2 қараныз), г;

m_1 - 7.5.11-де белгіленген шайғындау құтының және шайғындау заттының салмағы, г;

m_2 - дайындалған құтының салмағы (7.4 қараныз), г;

m_3 - бакылау сынағында пайдаланылатын (7.3 қараныз) және 7.5.11-де белгіленген шайғындалған заттың шайғындау құтының салмағы, г;

m_4 - бакылау сынағында (7.3 қараныз) колданылатын дайындалған құтының (7.4 қараныз) салмағы.

Сынақ нәтижелері 0,01 % дейінгі дәлдікпен дөңгелектенеді.

9 Әдістің дәлдігі

9.1 Зертханааралық сынақтар

Қайталанғыштың мен өндірімділігіне арналған мәндер 95 % ықтималдық деңгейі кезінде өрнектеледі және ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес орындалған зертханааралық сынақ нәтижелерінен алынады.

9.2 Қайталанғыштығы

Екі тәуелсіз бірлік сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы бірдей сынақ материалында бір зертханада, бір жабдықты колданып, бір лаборант қысқа уақыт аралығында, бір әдісті пайдалану арқылы алынған мына мәндерден караганда 5 % жағдайдан артылмауга тиіс:

а) майдың кұрамы 20 % артық болатын өнім үшін (салмактық үлесі):

1 % майдың кұрамы;

б) 20 % қоса алғанда, (салмақтық үлесі) майдың кұрамы 5 % және одан жоғары болатын өнім үшін:

100 г өнімде 0,2 г май;

в) 5 % (салмактық үлесі) және одан артық және одан кем болатын өнім үшін:

100 г өнімгө 0,1 г май;

г) майдың кұрамы 5 % (салмақтық үлесі) артық болатын сұйық өнімдері үшін:

майдың құрамы;

д) 5 % артық (салмақтық үлесі) артық және одан кем майдың құрамы болатын сұйық өнімдері үшін:

100 г өнімге 0,5 г май.

9.3 Өндірімділігі

Екі тәуелсіз жеке сынақ нәтижелері арасындағы абсолюттік айырмашылығы бірдей сынақ материалында әр түрлі зертханада, әр түрлі жабдықты қолданып, әр түрлі сол лаборант қысқа уақыт аралығында, әр түрлі әдісті пайдалану арқылы алынған мына мәндерден қарғанда 5 % жағдайдан артылмауға тиіс:

а) майдың құрамы 20 % (салмақтық үлесі) артық болатын өнім үшін

1 % майдың құрамы;

майдың құрамы 2 %;

б) 20 % қоса алғанда, (салмақтық үлесі) майдың құрамы 5 % және одан жоғары болатын өнім үшін:

100 г өнімде 0,4 г май;

в) 5 % (салмақтық үлесі) және одан артық және одан кем болатын өнім үшін:

100 г өнімде 0,2 г май;

г) майдың құрамы 5 % (салмақтық үлесі) артық болатын сұйық өнімдері үшін:

майдың құрамы 2 %;

д) 5 % артық (салмақтық үлесі) артық және одан кем майдың құрамы болатын сұйық өнімдері үшін:

100 г өнімге 0,1 г май.

10 Процедураға берілетін ескертпелер

10.1 Еріткішті және сұзгіш қағазды тексеруге арналған бақылау сынақтары

Осы бақылау сынағында салмағын бақылауға арналған ыдыс зертхананың атмосфералық жағдайындағы немесе реактив сығындысында бұзылмаған заттардың болуын және болмауын көрсетуге тиіс май жинайтын ыдыстың жылу әсерінің өзгеруін тексеру үшін қолданылуға тиіс.

Ыдысты екі тостағанды таразымен өлшеу жағдайында қарсы салмақты ыдыс ретінде қолданылуға тиіс. Басқаша тәсілмен бақыланатын ыдыстың (1) формула бойынша $[(m_3 - m_4)]$ косылған салмағының ауытқуы бақылау сынағы үшін қолданылатын май жинайтын ыдыс сияқты негізделуге тиіс. Демек

бақыланатын ыдысты бақылау салмағындағы өзгерістер үшін түзетілген май жинайтын ыдыстың біріккен салмағындағы өзгерістер 0,5 мг аспауға тиіс.

Өте сирек еріткіште майда берік сакталып қалатын ұшпа заттары болуы мүмкін. Егер ол осындағы заттың болуы көрсеткіш болып табылса, 1 г жаңа сусыз сүт майы болатын май жинайтын ыдысты пайдаланып бақылау сынағын орындау керек. Қажет болған жағдайда 100 см³ еріткіште 1 г сусыз сүт майының болуымен еріткішті тазалау керек. Еріткішті тазартылғаннан кейін уақытша пайдаланады.

10.2 Бақылау сынақтары

Бір уақытта анықтаумен орындалған бақылау сынақтары кезінде алынған мәндер реактивтер мен сүзгіш қағаздан шығарылған және зертхананың атмосфералық жағдайындағы кез келген өзгерістері кезінде май жинайтын ыдыс мен екі өлшемде өлшеуге арналған зертхана арасындағы температуралық айырмашылық кезінде де біріктірілген салмаққа мүмкіндік береді (7.4 және 7.5.11 қараныз). Қолайлы жағдай кезіндегі (еріткіш пен сүзгіш қағазда бақылау сынақтары кезіндегі төменгі мәні, өлшеуге арналған зертхананың тұрақты температурасы, май жинайтын ыдысқа арналған жеткілікті салқыннату уақыты) мәні кемінде 3 мг құрайды. 5 мг дейін мәні жоғарылатуға болады. Түзеткеннен кейін деректер мәні үшін нәтиже нақты болады. 5 мг көп мәнге түзету колданылса, онда берілген нәтиже сынақ хаттамасында көрсетілуге тиіс (11-бөлімді қараныз).

Егер осы бақылау сынағында алынған мәні 3 мг тұрақты артса, онда еріткіш пен сүзгіш қағаз тұрақты тексерілуге (егер соңғы уақытта болады), ауыстырылуға және тазартылуға тиіс.

11 Бақылау нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мына ақпарат болуға тиіс:

- үлгілерді бірдейлендіруге арналған қажетті ақпарат;
- үлгілерді іріктеу әдісі, егер белгілі болса;
- сынау әдісі;
- сынақ нәтижелеріне әсер етуі мүмкін барлық операциялық кездер;
- сынақ нәтижелері;
- бақылау мәні $[(m_3 - m_4)1 - \text{формулабойынша}]$ құрайды, егер ол 5 мг артса.

ӘОЖ 637.1/.3:664:637.041:543.557:663.674:006.354(574)

МСЖ 67.100

Түйінді сөздер: сұт, сұт өнімдері, мұздатылған, тұтқыр өнімдері, сұйық өнімдер, құргақ өнімдер, майдың құрамын анықтау, гравиметрикалық әдіс, Вейбулл-Бернтроп бойынша әдіс



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

**Определение содержания жира гравиметрическим методом
Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)**

Часть 2

Мороженое и смеси для мороженого

СТ РК ИСО 8262-2-2009

*ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods –
Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method
(Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (IDT)*

Издание официальное

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

Астана

Предисловие

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

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

3 Настоящий стандарт идентичен к международному стандарту ISO 8262-2:2005 Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method). Part 2. Edible ices and ice-mixes (Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод). Часть 2. Мороженое и смеси для мороженого), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании», Технического регламента «Требования к безопасности молока и молочной продукции»

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2014 год
5 лет**

6 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 разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	2
4	Реактивы и материалы	3
5	Приборы	3
6	Отбор образцов	5
7	Порядок проведения контроля	5
7.1	Подготовка образцов	5
7.2	Рабочая часть	6
7.3	Контрольные испытания	7
7.4	Приготовление экстракционной колбы	7
7.5	Определение	7
8	Обработка результатов контроля	9
9	Точность метода	9
9.1	Межлабораторные испытания	9
9.2	Повторяемость	9
9.3	Воспроизводимость	10
10	Примечания к процедуре	10
10.1	Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги	10
10.2	Контрольные испытания	11
11	Оформление результатов контроля	11

Введение

Настоящий стандарт подготовлен внутри структуры, производящей ряд контрольных методов, которые гармонируют со всевозможными величинами для гравиметрического определения содержания жира в молоке, молочных продуктах и пищевых продуктах на основе молока. Данные методы основываются на методе Роше-Готлиба (RG), методе Вейбулла-Бернтропа (WB) или на принципе Шмидт-Бондзынски-Рашлафа (SBR).

Настоящий стандарт, распространяемый на молочные и другие виды мороженого и смесей для мороженого, содержащих высокий уровень фруктов, яичного желтка, эмульгатора, и т.д., метод, основанный на принципе WB, был выбран по следующим причинам:

- метод RG неудобен из-за высокого уровня вышеперечисленных ингредиентов, которые становятся причиной недостаточного выделения жира и, соответственно, представляют слишком низкое значение содержания жира;

- метод SBR неудобен из-за высокого содержания углеводов, которые способствуют повышению эфирно-экстрагируемых компонентов в кислотном гидролизе и, соответственно, представляют слишком высокое значение содержания жира;

- процедура WB, которая также включает кислотный гидролиз, не является ущербной со стороны эфирно-экстрагируемых компонентов до тех пор, пока кислотный гидролиз не будет профильтрован и промыт, а высушенный осадок на фильтре не будет содержать компоненты, экстрагируемые петролейным эфиром.

Первоначально метод Вейбулла был разработан для хлеба; модифицированный метод, указанный в настоящем стандарте, был разработан Бернтропом. Данный метод получил широкое применение для определения жира во многих видах пищевых продуктов.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ И ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ НА ОСНОВЕ МОЛОКА

Определение содержания жира гравиметрическим методом

Вейбулла-Бернтропа (контрольный метод)

Часть 2

Мороженое и смеси для мороженого

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания жира в мороженом и смесях для мороженого (для продуктов, которые содержат высокий уровень стабилизатора и загустителя, яичного желтка или фруктов, или комбинации данных консистенций), для которых метод по Роше-Готтлиба не применяется.

ПРИМЕЧАНИЕ Мороженое и смеси для мороженого на молоке, не содержащие или содержащие не более нескольких процентов вышеперечисленных ингредиентов, могут быть установлены методом, использующим принцип RG в соответствии с ИСО 7328.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие нормативные документы:

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

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

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

Издание официальное

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

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

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

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

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

*ИСО 7328-2008 Мороженое и смеси для мороженого на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод).**

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

3 Сущность метода

Образец выпаривается при кипении с разбавленной соляной кислотой. Затем фильтруется через смоченную фильтровальную бумагу по ГОСТ 12026, для удержания жирных веществ, после жир извлекается из сухой фильтровальной бумаги, с использованием н-гексана или петролейного (низкокипящего) эфира. Растворитель выводится путем дистилляции или выпаривания, а полученные вещества взвешиваются. Настоящий метод известен как принцип по Вейбуллу-Бернтропу.

** Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

4 Реактивы и материалы

Используются реактивы и материалы, которые не оставляют заметного осадка при проведении испытаний указанным методом. А также применяется дистиллированная или деионизированная вода, или вода с соответствующей степенью чистоты:

- разбавленная соляная кислота, содержащая приблизительно 20 % (весовая доля) HCl, p_{20} приблизительно 1,10 г/см³.

Необходимо разбавить 10 см³ концентрированной соляной кислоты ($p_{20} = 1,18$ г/см³) на 100 см³ воды и перемешать;

- экстрактный растворитель, свободный от воды: н-гексан или петролейный (низкокипящий) эфир, имеющий температуру кипения от 30 °C до 60 °C.

Для проверки качества выделенного растворителя, необходимо дистиллировать 100 см³ растворителя из экстрактной колбы, предварительно обработанной в соответствии с 7.4. Использовать пустую экстрактную колбу, очищенную тем же способом, для проверки массы (см. 10.1). Растворитель не должен оставлять осадок более 1,0 мг.

Если раствор не соответствует установленным требованиям, то необходимо раствор переместить или очистить;

- фильтровальная бумага диаметром 150 мм, гофрированная, среднего качества, предпочтительно обезжиренная.

Проверку качества фильтровальной бумаги проводят в соответствии с 7.3, используя растворитель. Чтобы проверить массу (см. 10.1), необходимо использовать пустую экстрактную колбу, предварительно обработанную по 7.4. Растворитель не должен оставлять осадок более 2,5 мг.

Несоответствующую фильтровальную бумагу допускается заменить следующими:

- голубая лакмусовая бумага;
- диатомовая земля (необязательно; см. 7.5.3);
- очищенная лактоза (необязательно; см. 7.5.3);
- хлопок-сырец, обезжиренный эсценцией с растворителем в течение 1,5 ч и высушенный.

5 Приборы

ПРИМЕЧАНИЕ Использование летучих огнеопасных растворителей, при применении электрических приборов, может потребовать соблюдения законодательства, связанного с риском в использовании таких растворителей.

Испытания проводят на следующих приборах:

- а) аналитические весы по ГОСТ 24104;

б) экстракционный аппарат, непрерывный или полунепрерывный. Например, использование типа Сокслета, состоящего из экстрактной колбы (плоскодонной, короткогорлой), ёмкостью 150 см³, экстрактора с объемом сифона от 40 см³ до 60 см³, и действенного оросительного конденсатора, соответствующего осушительному патрону или ватной пробке.

в) экстракционные колбы, ёмкостью 150 см³, плоскодонные и короткогорлые по ГОСТ 1770;

г) экстракционные наконечники, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, алюминия или PTFE¹⁾, не способствующие заметному осадку, или из целлюлозы, отдельного слоя, с внутренним диаметром 22 мм и внешней длиной 80 мм, для применения с экстрактным аппаратом;

д) водяные бани, поддерживающие температуру:

- 1) от 40 °C до 60 °C,
- 2) от 30 °C до 40 °C;

е) нагревающий аппарат, для экстрактного аппарата. Например, использование водяных бань, песчаных бань или плитки, регулируемой с помощью термореле;

ж) вспомогательные средства для кипячения, обезжиренные, такие как стеклянные бусы или кусочки неломкого, непористого фарфора или карбид кремния.

и) коническая колба, ёмкостью 250 см³, соответствующая оросительному конденсатору, предпочтительно типу Либиха.

к) нагревающий аппарат, для нагревания конической колбы, соответствующей конденсатору. Например, использование проволочной сетки и газовой горелки, электрической плитки или песчаной бани.

л) фильтровальная воронка, удобна при использовании гофрированной фильтровальной бумаги.

м) мензурки с носиками, ёмкостью 100 см³ и 250 см³.

н) дистиллятор, для осторожной дистилляции растворителя из колб при температуре, не превышающей 100 °C.

п) шкаф сушильный, электрически нагреваемый, с полностью открытыми вентиляционными отверстиями, поддерживающийся при температуре (102 ± 2) °C по всему рабочему пространству.

Шкаф должен соответствовать применяемому термометру.

р) цилиндр измерительный, ёмкостью 50 см³, 100 см³ и 250 см³.

с) щипцы, сделанные из металла, подходящего для удерживания фильтровальной бумаги и наконечников.

т) пинцет, с плоским концом, для удерживания фильтровальной бумаги и наконечников.

у) часы с ценой деления 1 мин.

1) Политетрафторэтилен.

6 Отбор образцов

Испытываемые образцы должны быть направлены в лабораторию. Во время транспортировки или хранения образцы не должны подвергаться повреждению.

Отбор образцов проводится в соответствии с ГОСТ 3622, ГОСТ 26809.

Все жидкые и вязкие образцы должны храниться при температуре от 2⁰С до 4⁰С, со времени отбора образца до времени начала процедуры. При хранении в герметизированных емкостях или колб, образцы необходимо хранить при температуре ниже 20⁰С.

Замороженные образцы должны храниться при температуре не более 18⁰С, со времени отбора образца до начала процедуры.

7 Порядок проведения контроля

7.1 Подготовка образца

7.1.1 Мороженое.

После перемещения любого слоя не ледяного характера, необходимо разрезать образец на кусочки.

Для определения содержания жира в каждом слое многослойного продукта, необходимо отделить слои в замороженном виде. Подготовка отдельных испытываемых образцов с каждого слоя для испытания проводится следующим способом.

Выборочно отбираются несколько кусочков общей массой 100 г (при возможности). В закрытом миксере кусочки должны размякнуть до лабораторной температуры. Размешивать чистые продукты необходимо приблизительно 2 минуты, а продукты, содержащие твердые частицы (например, орехи, твердые карамельные ломтики), - не более 7 минут до получения однородной смеси.

Температура не должна превышать 12⁰С в любое время в течение размягчения и смешивания.

Если произошло отделение жира или «перемешивание», необходимо заменить смесь и повторить подготовительный процесс, используя короткое время смешивания. Сразу же переместите смешанные образцы в подходящий герметичный контейнер и продолжайте испытание в течение 1 часа.

7.1.2 Жидкие смеси для мороженого.

Необходимо взболтать и перевернуть контейнер. Открыть контейнер, слить вещество медленно во второй контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой) и смешать повторным переносом, заботясь о включении в образец каких-либо жиров или других составов, налипаемых к стенкам и поверхности первого контейнера. Если вещество еще содержит комочки или частицы ингредиентов, гомогенизировать их соответствующим

смесителем. В заключение, переместить вещество по возможности полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

При необходимости, закрытый контейнер устанавливают в водяной бане при температуре от 40 °С до 60 °С. Вынимать и взбалтывать контейнер необходимо усиленно каждые 15 минут. После 2 часов, контейнер снимается и остужается при комнатной температуре. Необходимо открыть крышку и основательно помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой (при выделении жирности образец не испытывается). Переместить вещество, по возможности, полностью во второй контейнер. Затем закрыть данный контейнер.

7.1.3 Вязкие продукты.

Необходимо открыть контейнер и помешать состав, взбалтывая ложечкой или лопаточкой. При возможности, используют вращательные движения вверх и вниз, чтобы масса хорошо смешалась. Необходимо убедиться в включении в образец каких-либо жиров или других составов, налипаемых к стенкам и поверхности первого контейнера. Если вещество еще содержит комочки или частицы ингредиентов, гомогенизировать их соответствующим смесителем. По завершению, переместить образец, по возможности, полностью во второй контейнер и закрыть.

Если необходимо, установить закрытый контейнер в водяной бане при температуре от 30 °С до 40 °С. Вынуть контейнер, вытереть его снаружи и открыть. Выскребсти весь состав от налипаний во внутренней части контейнера, выложить на блюдо достаточным образом для позволения основательного помешивания, и мешать до тех пор, пока вся масса не станет однородной. Поместить образец, по возможности, полностью во второй контейнер и закрыть его.

7.1.4 Сухие продукты

Необходимо основательно помешать многочисленными вращениями и переворачиванием контейнера. При необходимости, образец помещают в установленный воздухонепроницаемый контейнер с соответствующей ёмкостью для разрешения выполнения данного процесса.

Если продукт содержит все еще комки или частицы ингредиента, то гомогенизировать его соответствующим смесителем.

7.2 Рабочая часть

Образец необходимо перемешивать взбалтыванием (в случае с густыми, вязкими или сухими продуктами) или осторожным переворачиванием контейнера три-четыре раза (в случае с жидкими продуктами) и сразу же взвесить в конической колбе, приблизительно 1 мг, от 3 до 20 г образца соответствуют от 3 до 3,5 г сухому веществу. Рабочая часть будет содержать не более 1,0 г жира; для удовлетворения данного требования возможно потребуется взять меньшую рабочую часть.

Рабочая часть должна быть, по возможности, полностью доставлена на дно конической колбы.

7.3 Контрольные испытания

Контрольные испытания проводят одновременно с определением, используя ту же процедуру и те же реактивы, но замещая разбавленную рабочую часть с 25 см³ воды.

7.4 Приготовление экстракционной колбы

Колбу необходимо просушить, содержащую несколько вспомогательных средств для кипячения, чтобы способствовать спокойному кипению во время экстракции и последующего перемещения растворителя в сушильный шкаф на 1 час при температуре 102 °С.

Колба должна охладиться (защищая от пыли) на 30 минут при температуре 18 °С до 23 °С.

Необходимо избегать недостаточного охлаждения или переохлаждения, не допускается помещать колбу в сушильный шкаф.

С помощью щипцов поместить колбу на весы и взвесить с точностью до 0,1 мг.

7.5 Определение

7.5.1 Добавить воду с температурой 30 °С в рабочую часть образца до получения общего объема 25 см³ (для получения 4 моль/дм³ раствора соляной кислоты) и взболтать основательно.

7.5.2 Добавить 50 см³ раствора соляной кислоты в разбавленную часть рабочего образца, промывая стенки конической колбы во время добавления, и помешать осторожно взбалтыванием. Присоединить колбу с дефлектиором, подогреть колбу до момента начала кипения и затем прокипятить 30 минут вращательными движениями.

7.5.3 Промыть внутреннюю сторону конденсатора 75 см³ частью 150 см³ горячей воды (по крайней мере 80 °С), снять коническую колбу с конденсатора и добавить горячей воды в колбу так, чтобы смыть внутри горловину и стенку. Допускается добавлять 1 г диатомовой земли или приблизительно 100 см² обезжиренной фильтровальной бумаги, разорвать на части, повысить скорость фильтрации. Данный метод особенно рекомендуется при низком содержании обезжиренного сухого вещества.

ПРИМЕЧАНИЕ Фильтрация может быть также улучшена добавлением 1 г чистой лактозы в разбавленную часть рабочего образца.

7.5.4 Сразу профильтровать состав колбы, заливая жидкость в стеклянный штабик, через гофрированную фильтровальную бумагу, полностью вымоченную в горячей воде, помещенную в фильтр воронку. Полностью промыть колбу три раза горячей водой с вспомогательными средствами из стеклянных штабиков по количеству фильтровальной бумаги.

В конце необходимо промыть фильтровальную бумагу три раза горячей водой, промывая ее до тех пор, пока лакмусовая бумага не покажет бескислотное содержание. Не применять более чем 400 см³ воды. Отправить фильтровальную бумагу на водосток.

7.5.5 Вынуть фильтровальную бумагу из воронки, используя пинцет, и вложить ее экстракционные наперстки так, чтобы верхний край бумаги составлял 20 мм ниже ободка. Поместить наперсток в 100 см³ лабораторный стакан.

7.5.6 Подогреть стакан и его содержимое и коническую колбу со стеклянным штабиком, поместить в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 1 или 1,5 часа, сушить их полностью. Вынуть стакан и коническую колбу со стеклянным штабиком из печи и дать им остудиться.

Фильтровальная бумага должна быть хорошо просушенена, иначе впоследствии жирность неполностью экстрагируется. В случае при влажности фильтровальной бумаги и непрерывного экстрактора, с помощью растворимых в воде составов, капли могут проникать в экстракт, следовательно, быть причиной темного цвета и высокого показателя содержания жирности.

7.5.7 Держа наперсток пинцетом, осторожно заткнуть его обезжиренной ватной пробкой и затем поместить в экстрактор. Отмерить 100 см³ п-гексана или петролейного эфира в измерительном цилиндре; применить порции раствора в промывании верхушек пинцетов, внутренней стороны лабораторного стакана и конических колб и стеклянного штабика, производя промывание в подготовленной экстракционной колбе. Добавить остатки растворителя в экстракционную колбу так, чтобы смыть внутреннюю сторону горловины колбы.

7.5.8 Соединить экстракционную колбу с экстрактором, удерживая наперсток, соединить экстрактор с дефлэгмататором и нагревать колбу приблизительно 4 часа так, чтобы наперсток и его содержимое экстрагировались, по крайней мере, 1000 см³ растворителем (20 сифонов).

7.5.9 Снять экстракционную колбу с экстракционного аппарата, промывая внутреннюю сторону горловины колбы и верхушку конденсатора небольшим количеством растворителя. Затем осторожно дистиллировать из колбы. Если применяется водяная баня, то протереть наружную часть колбы, удаляя любые водяные налеты.

7.5.10 Нагреть экстракционную колбу (помещенные на его стороне для прохождения пара растворителя для сброса) в сушильный шкаф, оставить при температуре 102 °С на 1 час. Снять экстракционную колбу с печи, дать ей остудиться (не в сушильной печи, защищая от пыли) при комнатной температуре (не менее 30 минут) и взвесить с точностью до 0,1 мг. Не протирать колбу непосредственно до взвешивания. Поместить колбу на весы, применяя щипцы (избегать, в особенности, температурные перепады).

7.5.11 Повторить операции по 7.5.10 до момента снижения массы на 1,0 мг или меньше, или повышения, между двумя последующими взвешиваниями. Зарегистрировать минимальную массу, как массу колбы и экстрагированного вещества.

8 Обработка результатов контроля

Содержание жира, w , выраженное как массовая доля в процентах, равняется по формуле 1:

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

где m_0 - масса рабочей части образца (см. 7.2), г;

m_1 - масса экстракционной колбы и экстрагированного вещества, установленного в 7.5.11, г;

m_2 - масса приготовленной колбы (см. 7.4), г;

m_3 - масса экстракционной колбы, используемой в контрольном испытании (см. 7.3), и экстрагированного вещества, установленного в 7.5.11, г;

m_4 - масса приготовленной колбы (см. 7.4), применяемой в контрольном испытании (см. 7.3), г.

Результат испытания округляют с точностью до 0,01 %.

9 Точность метода

9.1 Межлабораторные испытания

Значения для повторяемости и воспроизводимости выражаются при 95 % вероятного уровня и выводятся из результатов межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6.

9.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными с использованием одного метода на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории таким же лаборантом с применением такого же оборудования в короткий интервал времени, должна быть не более чем 5 % случаев следующих значений:

а) для продуктов, имеющих содержание жира более 20 % (массовая доля):

1 % содержания жира;

б) для продуктов, имеющих содержание жира более 5 % и выше, включая 20 % (массовая доля):

0,2 г жира на 100 г продукта;

в) для продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля) и менее:

0,1 г жира на 100 г продукта;

г) для жидких продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля):

1 г содержания жира;

д) для жидких продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля) и менее:

0,05 г жира на 100 г продукта.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытания, полученными с использованием одного и того же метода, производимого над идентичным испытательным материалом, в разных лабораториях разными операторами, использующими разное оборудование, в не более 5 % случаях будет больше следующих значений:

а) для продуктов, имеющих содержание жира более 20 % (массовая доля):

2 % содержания жира;

б) для продуктов, имеющих содержание жира более 5 % и выше, включая 20 % (массовая доля):

0,4 г жира на 100 г продукта;

в) для продуктов, имеющих содержание жира 5 % (массовая доля) и менее:

0,2 г жира на 100 г продукта;

г) для жидких продуктов, имеющих содержание жира более 5 % (массовая доля):

2 % содержания жира;

д) для жидких продуктов, имеющих содержание жира 5 % (массовая доля) и менее:

0,1 г жира на 100 г продукта.

10 Примечания к процедуре

10.1 Контрольные испытания для проверки растворителя и фильтровальной бумаги

В данных контрольных испытаниях, сосуд, предназначенный для контроля массы, должен применяться для того, чтобы проверить изменения в атмосферных условиях лаборатории или тепловых эффектов жирособирающего сосуда, которые должны указывать присутствие и отсутствие неразрушающего вещества в экстракте реактива. Сосуд должен применяться как противовесовой сосуд в случае двухчашевых весов. Иным способом, отклонения присоединенной массы $[(m_3 - m_4)]$ по формуле 1 контролирующего сосуда должны обосновываться как масса жирособирающего сосуда, применяемого для контрольного испытания.

Следовательно, изменения в присоединенной массе жirosобирающего сосуда, корректированные для каждого изменения в массе контроля контролирующего сосуда, не должны превышать 0,5 мг.

Очень редко растворитель может содержать летучее вещество, которое крепко сохраняется в жире. Если оно является показателем наличия такого вещества, выполнить контрольное испытание с использованием жirosобирающего сосуда с 1 г свежего безводного молочного жира. При необходимости, дистиллировать растворитель в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 см³ растворителя. Растворитель используют только недолго после дистилляции.

10.2 Контрольные испытания

Значения, полученные при контрольных испытаниях, выполненных одновременно с определением, дают возможность присоединенной массе, выведенной из реактивов и фильтровальной бумаги, даже при любых изменениях в атмосферных условиях лаборатории и температурной разницы между жirosобирающим сосудом и лаборатории для взвешивания на двух взвешиваниях (см. 7.4 и 7.5.11).

При благоприятных условиях (низкое значение при контрольном испытании на растворителе и фильтровальной бумаге, постоянная температура лаборатории для взвешивания, достаточное время охлаждения для жirosобирающего сосуда), значение будет составлять менее чем 3 мг. Можно натолкнуться на слегка повышенное значение до 5 мг. После исправления для данных значений, результат будет все еще точным. Когда применяется исправление на значение более чем 5 мг, то данный результат должен указываться в протоколе испытания (см. раздел 11).

Если значение, полученное в данном контрольном испытании, регулярно превышает 3 мг, то растворитель и фильтровальная бумага должны регулярно проверяться (если данное совершается в последнее время) и должны заменяться и очищаться.

11 Оформление результатов контроля

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- информацию, необходимую для идентификации образца;
- метод отбора образцов, если известен;
- метод испытания;
- все операционные моменты, которые могут влиять на результат испытания;
- результаты испытания;
- контрольное значение составляет $[(m_3 - m_4) \text{ по формуле 1}]$, если оно превышает 5 мг.

УДК 637.1/3:664:637.041:543.557:663.674:006.354(574)

МКС 67.100

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, мороженное, вязкие продукты, жидкие продукты, сухие продукты, определение содержания жира, гравиметрический метод, метод по Вейбуллу-Бернтропу

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

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

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