ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55361— 2012

ЖИР МОЛОЧНЫЙ, МАСЛО И ПАСТА МАСЛЯНАЯ ИЗ КОРОВЬЕГО МОЛОКА

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия Россельхозакадемии (ГНУ ВНИИМС Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1730-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Правила приемки 3
5 Отбор проб и подготовка их к испытаниям 4
6 Условия проведения испытаний 7
7 Методы контроля 7
7.1 Контроль упаковки и маркировки 7
7.2 Определение массы нетто 8
7.3 Определение температуры 9
7.4 Определение массовой доли жира кислотным методом 9
7.5 Определение массовой доли жира расчетным методом 12
7.6 Определение массовой доли влаги высушиванием пробы при температуре (102 ± 2) °С 13
7.7 Определение массовой доли влаги выпариванием пробы (ускоренный метод) 15
7.8 Определение массовой доли влаги (экспресс-метод) 18
7.9 Определение массовой доли сухого обезжиренного вещества высушиванием пробы при температуре (102 ± 2) °С 19
7.10 Определение массовой доли сухого обезжиренного вещества (ускоренный метод) 21
7.11 Определение массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка расчетным методом 23
7.12 Определение массовой доли хлористого натрия (поваренной соли) 24
7.13 Определение массовой доли сахарозы 26
7.14 Определение титруемой кислотности продукта 31
7.15 Определение титруемой кислотности жировой фазы 33
7.16 Определение титруемой кислотности молочной плазмы 35
7.17 Определение массовой доли влаги в молочном жире 37
7.18 Определение активной кислотности (pH) молочной плазмы 37
7.19 Определение массовой доли витамина А в витаминизированном продукте 37
7.20 Определение фальсификации продукта растительными жирами 38
7.21 Определение массовой доли бутилгидрокситолуола в топленом масле 38
7.22 Определение массовой доли консервантов в сливочном масле и масляной пасте 38
7.23 Определение термоустойчивости 38
7.24 Определение перекисного числа 38
7.25 Определение кислотного числа 38
7.26 Определение энергетической ценности 38
8 Оформление результатов испытаний 38
9 Контроль точности результатов испытаний 39
10 Требования безопасности 39
Библиография 40

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИР МОЛОЧНЫЙ, МАСЛО И ПАСТА МАСЛЯНАЯ ИЗ КОРОВЬЕГО МОЛОКА

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Milk fat, butter and butter paste made from cow milk. Acceptance rules, sampling and control methods

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочный жир, масло (топленое и сливочное, кроме сухого) и масляную пасту из коровьего молока и устанавливает правила приемки, отбор проб и методы контроля физико-химических показателей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 707—2010 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50457—92 (ИСО 660—83) Жиры и масла животные и растительные. Определение кислотного числа и кислотности

ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

ГОСТ Р 50779.11—2000 (ИСО 3534-2—93) Статистические методы. Статистическое управление качеством. Термины и определения

ГОСТ Р 51453—99 Жир молочный. Метод определения перекисного числа в безводном молочном жире

ГОСТ Р 51456—99 Масло сливочное. Потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы

ГОСТ Р 51471—99 Жир молочный. Метод обнаружения растительных жиров газожидкостной хроматографией стеринов

ГОСТ Р 51487—99 Масла растительные и жиры животные. Метод определения перекисного числа

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 52179—2003 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля

ГОСТ Р 52253—2004 Масло и паста масляная из коровьего молока. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаро-взрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ OIML R 111-1—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E (индекса 1), E (индекса 2), F (индекса 1), F (индекса 2), M (индекса 1), M (индекса 1-2), M (индекса 2), M (индекса 2-3) и M (индекса 3). Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь(II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Реактивы. Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6859—72 Приборы для отмеривания и отбора жидкостей. Технические условия

ГОСТ 7031—75 Песок кварцевый для тонкой керамики

ГОСТ 8736—93 Песок для строительных работ. Технические условия

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

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 11254—85 Жиры животные топленые и мука кормовая животного происхождения. Методы определения антиокислителей

ГОСТ 11812—66 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 17498—72 Мел. Виды, марки и основные технические требования

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 23094—78 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30417—96 Масла растительные. Методы определения массовых долей витаминов А и Е

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ Р 50779.11 и ГОСТ Р 52738.

4 Правила приемки

4.1 Молочный жир, масло и масляную пасту из коровьего молока принимают партиями.

Партией считают совокупность единиц продукта, однородного по составу и качеству, имеющего одно и то же наименование, находящегося в однородной таре, произведенного одним и тем же изготовителем в соответствии с одним и тем же техническим документом на однотипном технологическом оборудовании в течение одного технологического цикла, по единому производственному режиму, имеющего одну и ту же дату производства.

4.2 Размером партии является:

- для сливочного масла и масляной пасты, произведенных методом преобразования высокожирных сливок, — вместимость одной нормализационной ванны;
- для сливочного масла, произведенного методом сбивания сливок с использованием маслоизготовителей непрерывного и периодического действия, — вместимость резервуара для созревания сливок;
- для топленого масла и молочного жира — вместимость емкости (котла, ванны) для вытапливания жировой фазы из сливочного масла.

4.3 Выборку для контроля качества партии продукта составляют случайным образом.

4.4 Объем выборки от партии молочного жира и масла, упакованного монолитом в транспортную тару (ящики, бочки, фляги), в зависимости от размера партии приведен в таблице 1.

Таблица 1

Масса нетто единицы транспортной тары, кг	Масса нетто партии, кг	Число единиц транспортной тары в партии	Число единиц транспортной тары в выборке
5	До 500 включ.	До 100 включ.	1
	Св. 500 до 1000 включ.	Св. 100 до 200 включ.	3
	Св. 1000 до 1500 включ.	Св. 200 до 300 включ.	5
	Св. 1500	Св. 300	2 % от числа единиц транспортной тары в партии
10	До 500 включ.	До 50 включ.	1
	Св. 500 до 1000 включ.	Св. 50 до 100 включ.	3
	Св. 1000 до 1500 включ.	Св. 10 до 150 включ.	4
	Св. 1500	Св. 150	3 % от числа единиц транспортной тары в партии
	До 450 включ.	До 30 включ.	1
	Св. 450 до 1005 включ.	Св. 30 до 67 включ.	2
	Св. 1005 до 1500 включ.	Св. 67 до 100 включ.	3
	Св. 1500	Св. 100	4 % от числа единиц транспортной тары в партии
	До 500 включ.	До 25 включ.	1
	Св. 500 до 1000 включ.	Св. 25 до 50 включ.	2
	Св. 1000 до 1500 включ.	Св. 50 до 75 включ.	3
	Св. 1500	Св. 75	5 % от числа единиц транспортной тары в партии
35 и более	До 525 включ.	До 15 включ.	1
	Св. 525 до 1015 включ.	Св. 15 до 29 включ.	1
	Св. 1015 до 1505 включ.	Св. 29 до 43 включ.	2
	Св. 1505	Св. 43	5 % от числа единиц транспортной тары в партии

4.5 Объем выборки продукта, упакованного в потребительскую тару, составляет 5 % транспортной тары, но не менее 1 ящика.

Из каждой включенной в выборку единицы транспортной тары с продуктом, упакованным в потребительскую тару, отбирают необходимое количество единиц потребительской тары.

4.6 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания на удвоенной суммарной пробе, т.е. суммарной пробе, отобранной в удвоенном количестве (по массе или числу упаковочных единиц) случайным способом от всей партии. Повторные испытания проводят только по тем показателям, по которым получены неудовлетворительные результаты. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

5 Отбор проб и подготовка их к испытаниям

5.1 Общие положения

5.1.1 Отбор проб проводят уполномоченные лица, прошедшие надлежащее обучение.

5.1.2 Отбор проб проводят после установления однородности партии. В случае смешивания партий продукцию рассортировывают на однородные партии.

5.1.3 Для контроля физико-химических показателей отбирают мгновенные, суммарные, лабораторные и пробы для анализа.

5.1.4 Для отбора, упаковки и подготовки проб продукта применяют:

- щуп, соответствующий по размерам и форме требованиям ГОСТ Р ИСО 707;
- шпатель с широкой лопастью;
- нож необходимых размеров;
- приспособления для разрезки в виде натянутой режущей проволоки;
- емкости для проб;
- спиртовку по ГОСТ 25336;
- алюминиевую фольгу, пергамент или их заменители;
- коробки картонные;
- баню водяную с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 40 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С или баню водяную с нагревательным прибором;
- термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,1 (или 1,0) °С.

Оборудование для отбора проб должно быть изготовлено из нержавеющей стали или иных материалов надлежащей прочности, нетоксичных, химически инертных по отношению к продукту, не способных вызывать изменения пробы и влиять на результаты дальнейших испытаний. Все поверхности оборудования должны быть гладкими, с закругленными углами. Перед использованием оборудование должно быть чистым и сухим.

5.1.5 Пробы после отбора помещают в емкости необходимого размера и формы, изготовленные из материалов, не влияющих на результаты дальнейших испытаний (стекло, фарфор, нержавеющая сталь, некоторые виды пластмасс) и защищающие их от воздействий внешней среды, закрывают крышками.

Емкости должны быть непрозрачными. Прозрачные емкости с отобранными пробами следует хранить в темном месте. Если это требуется для конкретного испытания, то емкость упаковывают в алюминиевую фольгу (например, с целью предотвращения окислительной порчи).

Допускается использование одноразовых пластмассовых емкостей и полимерных пакетов, обеспечивающих сохранность проб.

Допускается упаковывание проб в алюминиевую фольгу, пергамент или их заменители с последующей укладкой в картонные коробки соответствующего размера.

5.1.6 Для транспортирования охлажденных и замороженных проб продукта используют термоизолированные емкости и переносные сумки-холодильники.

5.1.7 Оценку физико-химических показателей для каждой однородной партии проводят на основании испытаний суммарной пробы, составленной из мгновенных проб.

5.2 Отбор мгновенных проб продукта, упакованного в транспортную тару

5.2.1 Пробы сливочного и топленого масла, молочного жира в ящиках, топленого масла и молочного жира в бочках или флягах отбирают после их вскрытия и освобождения поверхности от упаковочного материала (при его наличии).

5.2.2 Отбор проб проводят щупами и ножами.

Пробы масла и молочного жира температурой выше минус 10 °С отбирают сухим предварительно нагретым щупом. Допускается для отбора пробы использовать предварительно нагретый сухой нож, если температура продукта не ниже минус 3 °С.

Пробы масла и молочного жира температурой минус 10 °С и ниже отбирают после его отепления до 0 °С в помещении температурой воздуха от 10 °С до 12 °С. Продолжительность отепления не должна превышать 2 сут.

Допускается отбор проб продукта, хранящегося при температуре минус 10 °С и ниже, проводить без предварительного его отепления, используя сухой щуп, нагретый в горячей воде температурой от 60 °С до 70 °С или в пламени спиртовки. Для поддержания температуры щупа до отбора проб рекомендуется использовать термоизолированные емкости (например, термос).

Отбор проб продукта, хранящегося при низкой температуре, требует специальных навыков и мер предосторожности.

5.2.3 При отборе проб масла и молочного жира в ящиках щуп погружают с расстояния 3 — 5 см от края тары под наклоном 30° — 60° по диагонали к центру монолита, опуская на 3/4 его длины.

При отборе проб топленого масла и молочного жира из бочек или фляг щуп погружают наклонно от края тары к центру. Щуп должен проходить от края в наклонном направлении через весь монолит продукта, при этом следует контролировать, чтобы щуп не касался дна тары.

После погружения в монолит щуп поворачивают на половину оборота и извлекают вместе с отобранным продуктом. От столбика продукта шпателем отделяют верхний слой длиной 25 мм. Его оставляют на щупе и возвращают на прежнее место, аккуратно заравнивая поверхность масла.

Нижнюю часть столбика продукта в щупе массой от 50 до 100 г при помощи шпателя переносят в емкость для отбора проб с плотно закрывающейся крышкой. Если в выборку включена одна единица упакованного монолитом продукта, отбор проб проводят из разных частей ящика (бочки или фляги).

При использовании ножа пробы вырезают из любой части монолита, отступив от боковых поверхностей не менее 25 мм.

5.2.4 В случае оплавления краев столбика продукта при отборе горячим щупом их удаляют шпателем и не используют для последующих испытаний.

5.2.5 Допускается при отборе проб сливочного масла, предназначенного для дальнейшего фасования, использовать приспособления для разрезки в виде натянутой проволоки (струны, соответствующей по размеру монолиту). Пробы отбирают из любой части монолита с отступом от боковых поверхностей не менее 25 мм.

5.2.6 Допускается для внутреннего контроля отбирать пробы масла на листок пергамента или алюминиевой фольги при условии немедленной доставки их в лабораторию.

5.2.7 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую емкость для составления суммарной пробы.

5.2.8 Масса суммарной пробы, составленной из отобранных мгновенных проб, — 1,2 кг.

5.3 Отбор мгновенных проб продукта, упакованного в потребительскую тару

5.3.1 Пробы продукта в потребительской таре массой нетто от 100 до 2000 г (брикеты, стаканчики, батончики, бруски) отбирают шпателем или ножом от каждой упаковочной единицы, включенной в выборку, предварительно сняв упаковку и наружный слой продукта толщиной от 0,5 до 0,7 см.

5.3.2 Пробой продукта в потребительской таре массой не более 50 г (брикеты, стаканчики и коробочки) считают упаковочные единицы, включенные в выборку, которые используют без снятия наружного слоя продукта при отсутствии штаффа. При наличии штаффа продукт зачищают, оставшуюся часть используют как мгновенную пробу.

5.3.3 Пробы стерилизованного сливочного масла в металлических банках и топленого масла в стеклянных банках отбирают щупом или ложкой после вскрытия тары. Если в упаковочной единице с топленым или стерилизованным сливочным маслом присутствует выделившийся свободный жир, то перед отбором проб продукт нагревают при температуре от 28 °С до 30 °С и перемешивают до однородного состояния.

5.3.4 Отобранные пробы помещают в емкость с плотно закрывающейся крышкой или заворачивают в пергамент, алюминиевую фольгу или их заменители и укладывают в картонную коробку.

5.3.5 Масса суммарной пробы, составленной из отобранных мгновенных проб, — 1,2 кг.

5.3.6 Суммарная проба при внутреннем и внешнем контроле

5.3.6.1 При внутреннем контроле масса суммарной пробы — не менее 150 г.

При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей по нему проводят повторный анализ удвоенного объема суммарной пробы.

5.3.6.2 При внешнем контроле масса суммарной пробы — не менее 1,2 кг.

Отобранную суммарную пробу делят на две части: первую используют для проведения лабораторных испытаний, а вторую часть суммарной пробы используют в случае возникновения разногласий при получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей.

Срок хранения второй части суммарной пробы равен сроку годности продукта при соответствующей температуре и влажности.

5.4 Маркировка, транспортирование и хранение проб

5.4.1 Пробы, предназначенные для внутреннего контроля, снабжают этикеткой с обозначением наименования продукции, номера партии и даты выработки. При внутреннем контроле на предприятиях, осуществляющих холодильное хранение продуктов, изготовленных другими предприятиями, на этикетке дополнительно указывают наименование предприятия-изготовителя.

5.4.2 Пробы, направляемые в лабораторию вне предприятия-изготовителя, снабжают этикеткой и актом отбора проб с указанием:

- наименования, сорта (при наличии) и даты производства продукта;
- места отбора проб;

- наименования предприятия-изготовителя;
- объема партии, от которой отобрана проба;
- идентификационного номера и любой кодовой маркировки партии, из которой были отобраны пробы;
- температуры продукта в момент отбора пробы;
- даты и часа отбора пробы;
- должности и подписи лиц, отобравших пробу;
- перечня показателей, которые должны быть определены в продукте;
- номера и даты транспортного документа, сопровождающего контролируемую партию продукта;
- обозначения нормативного или технического документа на продукт.

Этикетка должна быть подписана лицами, отобравшими пробу.

Надписи на этикетке с пробами наносят любым способом, обеспечивающим четкое их прочтение.

Для маркирования проб используют этикетки, изготовленные печатным способом (типографским или на компьютере). Допускается маркировочный текст на этикетку наносить вручную, используя не имеющие запаха стойкие чернила или маркеры.

5.4.3 Пробы пломбируют или опечатывают. Емкости перевязывают вокруг горловины крепкой ниткой или шпагатом, концы которых закидывают наверх пробки или крышки и там пломбируют. Пробы в коробках, фольге и т. п. заворачивают в пергамент или плотную бумагу, перевязывают крепкой ниткой или шпагатом и пломбируют.

5.4.4 Пробы продукта должны быть отправлены в лабораторию сразу после их отбора. Для продукта с плюсовой температурой продолжительность доставки не должна превышать 4 ч. Для продукта с минусовой температурой продолжительность доставки не должна превышать 12 ч.

Условия транспортирования должны соответствовать требованиям нормативных и технических документов на контролируемый продукт. Для доставки проб рекомендуется использовать термоизолированные емкости и переносные сумки-холодильники.

5.4.5 Анализ проб проводят сразу после доставки их в лабораторию, но не позднее, чем через 24 ч после их отбора.

5.4.6 В случае арбитражных разногласий о качестве анализируемых продуктов отбор проб проводят с участием всех заинтересованных лиц, подписи которых фиксируют в протоколе отбора проб.

5.5 Подготовка проб к испытаниям

5.5.1 При внутреннем контроле из всей суммарной пробы продукта готовят лабораторную пробу.

5.5.2 При внешнем контроле часть суммарной пробы продукта, предназначенную для испытаний, помещают в водяную баню температурой от 28 °С до 30 °С. При постоянном перемешивании шпателем пробу нагревают до получения однородной размягченной массы, которую охлаждают до комнатной температуры, и используют как лабораторную пробу.

5.5.3 Если суммарная проба отобрана от продукта температурой ниже 0 °С, то ее отепляют при комнатной температуре до 5 °С — 10 °С и готовят лабораторную пробу по 5.5.2.

5.5.4 От лабораторной пробы выделяют пробы для анализа в соответствии с конкретным методом испытания продукта.

6 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха ..... от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 (от 630 до 795) кПа (мм рт. ст.).

7 Методы контроля

7.1 Контроль упаковки и маркировки

7.1.1 Контроль упаковки и маркировки проводят путем внешнего осмотра тары и экспертизы этикетки, ярлыка и т. п., определяя их соответствие требованиям [1], [2] и нормативного или технического документа на конкретный продукт. Контролю подлежит каждая единица транспортной тары или каждая единица потребительской тары, включенной в выборку.

7.1.2 При осмотре отмечают наличие этикетки или литографского оттиска, содержание надписи на этикетке, проверяют целостность и состояние упаковочного материала, качество заклеивания картонных коробок, а также дефекты упаковки: повреждения, вмятины, разрывы, увлажнения, наличие загрязнений и плесени. У потребительской тары отмечают дополнительно деформацию упаковок, дефекты заделки фольги или пергамента на брикетах и крышек на полимерной таре.

При обнаружении загрязнения и плесени на транспортной или потребительской таре, включенной в выборку, контролю подлежит каждая единица транспортной тары с продукцией в партии. По результатам контроля упаковки и маркировки приемке подлежат только те единицы транспортной тары контролируемой партии, которые соответствуют требованиям [1], [2], нормативного или технического документа на соответствующий продукт.

При обнаружении загрязнений и плесени на поверхности продукта в потребительской таре, партия приемке не подлежит.

7.1.3 Приемке подлежит только продукция, упаковка и маркировка которой соответствуют требованиям [1], [2], нормативного или технического документа на соответствующий продукт.

7.2 Определение массы нетто

7.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с допускаемой абсолютной погрешностью, г, не более:

± 0,1	при	определении массы			до	100 г	включительно;
± 0,5	»	»	»	св.	100 г	»	500 г	»;
± 1,0	»	»	»	»	500 г	»	1000 г	»;
± 2,0	»	»	»	»	1000 г	»	2000 г	»;
± 5,0	»	»	»	»	2000 г	»	10000 г	»;
± 10,0	»	»	»	»	10000 г	»	20000 г	»;
± 50,0	»	»	»	»	20000 г.			

Шпатель, нож.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

7.2.2 Проведение измерений

7.2.2.1 Для масла (сливочного, топленого), упакованного монолитом, взвешивают каждую единицу транспортной тары с продукцией, включенной в выборку, определяют массу брутто.

Одну из единиц транспортной тары с продукцией тщательно освобождают от продукта и взвешивают для определения массы тары.

Каждое взвешивание проводят дважды с интервалом 3 — 5 мин.

7.2.2.2 Для продукта в потребительской таре определяют общую массу брутто 5 — 10 упаковочных единиц из выборки, предназначенной для контроля. Массу брутто определяют как среднеарифметическое значение взвешенного продукта с учетом массы тары.

Массу нетто упаковочной единицы определяют как среднеарифметическое значение результатов взвешивания продукта без учета массы тары.

Массу тары при проведении внутреннего контроля устанавливают как среднеарифметическое значение массы 5 — 10 единиц упаковочного материала или потребительской тары, используемых для упаковывания контролируемого продукта.

Массу тары при проведении внешнего контроля устанавливают как среднеарифметическое значение масс 5 — 10 единиц упаковочного материала или потребительской тары, освобожденных от продукта. Пергамент, кашированную фольгу или полимерную пленку освобождают от остатков продукта шпателем или ножом. Поверхность упаковочного материала, контактирующую с продуктом, насухо вытирают марлевыми салфетками или другим материалом аналогичного назначения. Стаканчики, коробочки, сувенирную и другую потребительскую тару после освобождения от продукта, перед взвешиванием, моют, сушат или насухо вытирают.

7.2.3 Обработка результатов измерений

Массу нетто $m_н$, г (кг), вычисляют по формуле

$$m_н = m_б - m_т, \quad (1)$$

где $m_б$ — масса брутто, г (кг);

$m_т$ — масса упаковочного материала или потребительской тары, г (кг).

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

Допускаемые отрицательное отклонения массы нетто от номинального количества должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.579.

7.2.4 Массу нетто единицы транспортной тары с продуктом, упакованным в потребительскую тару, устанавливают по числу упаковочных единиц и массе нетто упаковочной единицы, установленной взвешиванием.

Массу нетто партии устанавливают по числу единиц транспортной тары с продуктом и массе нетто продукта в единице транспортной тары, входящей в выборку, предназначенной для контроля.

7.3 Определение температуры

7.3.1 Средства измерений и материалы

Термометры жидкостные стеклянные нертутные лабораторные по ГОСТ 28498 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С.

Термометр цифровой ТС-101 «Замер-1» диапазоном измерения температуры от минус 30 °С до плюс 120 °С и пределом допускаемой погрешности ± 1,0 °С.

Термометр портативный ТП-5 диапазоном измерения температуры от минус 30 °С до плюс 120 °С и пределом допускаемой погрешности ± 1,0 °С.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных, рекомендованные для пищевых продуктов.

7.3.2 Проведение измерения

7.3.2.1 Температуру продукта в монолитах измеряют на глубине 8—10 см, температуру продукта в потребительской таре измеряют в центре упаковочной единицы.

7.3.2.2 Измерение температуры проводят цифровым термометром в соответствии с правилами его эксплуатации. Информацию о температуре с цифрового термометра снимают после стабилизации показаний индикатора.

7.3.2.3 Для продукта температурой выше 0 °С допускается проводить измерения с использованием жидкостного стеклянного термометра. Для измерения температуры его погружают в продукт и выдерживают до установления постоянного значения. Показания снимают, не извлекая термометр из продукта.

7.3.2.4 При поступлении продукта температурой ниже минус 10 °С допускается измерять температуру в его монолите термощупом, который погружают на глубину 6—8 см от поверхности на 10 мин, по истечении которых снимают показания.

7.3.2.5 Перед каждым измерением температуры после удаления продукта (в случае необходимости) термометры, датчики измерительного прибора или термощупа предварительно обрабатывают этиловым спиртом.

7.3.2.6 Температуру продукта измеряют во всех вскрытых упаковочных единицах выборки (в каждой единице транспортной тары или в каждой единице потребительской тары).

7.3.3 Обработка результатов

Вычисляют среднеарифметическое значение измерений, результат округляют до целого числа.

Расхождение между измерениями не должно превышать 1,0 °С.

7.4 Определение массовой доли жира кислотным методом

Метод применяют для определения массовой доли жира в сливочном масле массовой долей жира от 50,0 % до 75,0 % и масляной пасте.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли жира при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 1,3 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 50,0 % до 75,0 %;

± 1,6 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами массовой долей жира от 50,0 % до 65,0 % и для масляной пасты.

7.4.1 Сущность метода

Метод основан на выделении жира из анализируемого продукта под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиромера.

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

Весы со значением СКО, не превышающем 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документам изготовителя.

Центрифуга с частотой вращения ротора (1300 ± 200) мин$^{-1}$.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 60 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С, или баня водяная для жиромеров с нагревательным прибором.

Термометры жидкостные стеклянные лабораторные по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С или 1,0 °С.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Жиромеры 1-40 по ГОСТ 23094.

Прибор (дозатор) по ГОСТ 6859 для отмеривания серной кислоты вместимостью 10 см^3 или для отмеривания изоамилового спирта вместимостью 1 см^3.

Цилиндр 1(3) 31/265 по ГОСТ 18481.

Цилиндры 1(3)-50(100, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481 типа АОН-1(2) диапазоном измерения плотности 700-1840 (1000-2000) кг/м^3 и ценой деления шкалы 1 кг/м^3.

Колба коническая Кн-2-2000-50 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробки резиновые для жиромеров.

Штатив для жиромеров.

Мел по ГОСТ 17498.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.4.3 Подготовка к проведению испытаний

Перед проведением испытаний массовой доли жира готовят раствор серной кислоты плотностью от 1500 до 1550 кг/м^3.

Ареометром измеряют плотность концентрированной серной кислоты. Затем в коническую колбу вместимостью 2000 см^3 вносят отмеренное цилиндром необходимое количество дистиллированной воды, определенное по таблице 2 (расчет приведен на 500 см^3 серной кислоты).

Таблица 2

Плотность серной кислоты при 20 °С, кг/м^3	Объем воды, см^3, необходимый для приготовления раствора плотностью	
	1500 кг/м^3	1550 кг/м^3
1825	487	388
1826	491	392
1827	495	396
1828	499	400
1829	504	404
1830	509	409
1831	514	414
1832	520	419
1833	526	425
1834	533	431
1835	542	436

Колбу помещают в емкость с холодной водопроводной водой. Осторожно небольшими порциями добавляют 500 см^3 серной кислоты. После охлаждения до (20 ± 1) °С измеряют плотность полученного раствора серной кислоты.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой при комнатной температуре — один год.

7.4.4 Проведение испытаний

В два жиромера, не касаясь горловины, отвешивают по 2,50 г продукта, подготовленного по 5.5.2, результат записывают до третьего десятичного знака.

Дозатором приливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты, затем дополнительно доливают (6 ± 1) $см^3$ раствора серной кислоты так, чтобы уровень жидкости в жиромере был на 4—6 мм ниже основания горловины жиромера.

Дозатором в жиромеры вносят 1 $см^3$ изоамилового спирта.

Жиромеры закрывают сухими резиновыми пробками, на поверхность которых предварительно наносят мел (для облегчения возможности подтягивания пробок при отсчете результата измерений массовой доли жира).

Пробку в горловину жиромера вводят на половину ее длины или немного больше. Жиромеры встряхивают, переворачивая не менее пяти раз так, чтобы жидкость в них полностью перемешалась, и помещают их пробками вверх в водяную баню при температуре (65 ± 2) °С. Жиромеры выдерживают в водяной бане при частом встряхивании до полного растворения белка.

Вынув из бани, жиромеры вставляют в стаканы центрифуги градуированной частью к центру. Жиромеры располагают симметрично, один против другого.

Жиромеры центрифугируют 5 мин. Каждый жиромер вынимают из центрифуги и движением резиновой пробки регулируют столбик жира так, чтобы он находился в градуированной части жиромера.

После центрифугирования жиромеры помещают в водяную баню при температуре (65 ± 2) °С пробками вниз и выдерживают в течение 5 мин, не встряхивая их. Уровень воды в бане должен быть выше уровня жира в жиромере.

Жиромеры вынимают по одному из водяной бани и быстро проводят отсчет жира. При отсчете жиромер держат вертикально, при этом граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки устанавливают нижнюю границу столбика жира на нулевом или целом делении шкалы жиромера. От него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира с точностью до наименьшего деления шкалы жиромера.

Граница раздела жира и кислоты должна быть четкой, а столбик жира прозрачным. При наличии «кольца» (пробки) буроватого или темно-желтого цвета в столбике жира или размытой нижней границы определение повторяют.

7.4.5 Обработка результатов испытаний

7.4.5.1 Массовую долю жира X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{P \cdot 5}{m}, \qquad (2)$$

где P — число делений шкалы жиромера, заполненных жиром, %;

5 — масса продукта, использованная для градуировки жиромеров исполнения 1-40, г;

m — масса пробы для анализа, г.

7.4.5.2 Вычисление результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений массовой доли жира принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.4.6.1).

7.4.6 Метрологические характеристики метода

7.4.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух единичных определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 1,2 (абс.) % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 50,0 % до 75,0 %;

- 1,5 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами массовой долей жира от 50,0 % до 65,0 % и для масляной пасты.

7.4.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными опера-

торами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 1,9 (абс.) % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 50,0 % до 75,0 %;
- 2,3 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами массовой долей жира от 50,0 % до 65,0 % и для масляной пасты.

7.5 Определение массовой доли жира расчетным методом

7.5.1 Массовую долю жира X_2, %, для молочного жира и топленого масла рассчитывают по формуле

$$X_2 = 100 - W, \quad (3)$$

где W — массовая доля влаги в продукте (W_1 или W_2), определенная по 7.6 или 7.7, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 0,05 % для молочного жира;

± 0,2 % для топленого масла.

7.5.2 Массовую долю жира X_3, %, для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 % рассчитывают по формуле

$$X_3 = 100 - (W + X_{\text{сомо}}), \quad (4)$$

где W — массовая доля влаги в продукте (W_1 или W_2), определенная по 7.6 или 7.7, %;

$X_{\text{сомо}}$ — массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) в сливочном масле без вкусовых компонентов и соленом массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %, определенная по 7.11, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 0,7 %.

7.5.3 Массовую долю жира X_4, %, для соленого сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 % рассчитывают по формуле

$$X_4 = 100 - (W + X_{\text{сомо}} + X_6), \quad (5)$$

где W — массовая доля влаги в продукте (W_1 или W_2), определенная по 7.6 или 7.7, %;

$X_{\text{сомо}}$ — массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) в сливочном масле без вкусовых компонентов и соленом массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %, определенная по 7.11, %;

X_6 — массовая доля хлористого натрия (поваренной соли) в сливочном масле, определенная по 7.12, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 0,72 %.

7.5.4 Массовую долю жира X_5, %, для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %, сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты рассчитывают по формуле

$$X_5 = 100 - (W + X_{\text{сов}}), \quad (6)$$

где W — массовая доля влаги в продукте (W_1 или W_2), определенная по 7.6 или 7.7, %;

$X_{\text{сов}}$ — массовая доля сухого обезжиренного вещества ($X'_{\text{сов}}$ или $X''_{\text{сов}}$) в сливочном масле массовой долей жира менее 70,0 %, сливочном масле с вкусовыми компонентами или масляной пасте (СОМО, вкусовые компоненты и пищевые добавки), определенная по 7.9 или 7.10, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 1,0 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;

± 2,3 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.6 Определение массовой доли влаги высушиванием пробы при температуре (102 ± 2) °С

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества топленого и сливочного масла, масляной пасты для измерений массовой доли влаги в диапазоне от 0,5 % до 60,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

± 0,1 % для топленого масла и сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 80,0 % до 85,0 %;

± 0,4 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 80 %;

± 0,7 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.6.1 Сущность метода

Метод заключается в высушивании пробы продукта с известной исходной массой при температуре (102 ± 2) °С до постоянной массы с последующим вычислением относительного изменения массы продукта после его высушивания.

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

Весы со значением СКО, не превышающем 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (102 ± 2) °С.

Термометр ТЛ-7 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры до 180 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере до 600 °С, отклонением от заданной температуры ± 25 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, с терморегулятором.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Мешалка механическая лабораторная.

Сита лабораторные по ГОСТ Р 51568 с номинальным размером отверстий 0,5 и 1,5 мм.

Цилиндры 1(3)-10(250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-50(250, 500, 1000) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770.

Стакан Н-1-2000 ТХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 1(2)-175(230) по ГОСТ 9147.

Чашка ЧКЦ-1-2500 по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 5(6) по ГОСТ 9147.

Стаканчики для взвешивания СН-60(85)/14(15) по ГОСТ 25336 или бюксы лабораторные алюминиевые с крышкой диаметром 50 мм, высотой 38 мм, вместимостью 70 $см^3$.

Шпатель 4 или ложка 4 по ГОСТ 9147.

Ложка 2(3) по ГОСТ 9147.

Палочки стеклянные, оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика или бюксы.

Посуда из темного стекла с притертой пробкой и полиэтиленовая с крышкой.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двухлористый безводный.

Песок для строительных работ по ГОСТ 8736 природный.

Песок кварцевый по ГОСТ 7031, фракционированный 0,8—1,4 мм.

Противень.

Перчатки или теплостойкие напальчники из замши, или тигельные щипцы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода питьевая по [3].

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.6.3 Подготовка к проведению испытаний

7.6.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты

Соляную кислоту смешивают с питьевой водой в соотношении 2 : 1 по объему.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.6.3.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра массовой концентрации 4,79 г/дм^3

0,479 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят полученный объем дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в затемненном месте при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.6.3.3 Подготовка песка

Песок просеивают на противень через сито с номинальным размером отверстий 1,5 мм, затем через сито с номинальным размером отверстий 0,5 мм. Помещают в чашку фракцию песка, которая осталась на втором сите, и промывают ее при перемешивании питьевой водой. Промытый песок переносят в стакан, заливают раствором соляной кислоты в таком количестве, чтобы песок был полностью покрыт кислотой, и кипятят 30 мин. Соляную кислоту сливают и промывают песок при перемешивании путем декантации питьевой водой, затем дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлориды.

Отсутствие хлоридов в промывной дистиллированной воде определяют, используя раствор азотнокислого серебра. Для этого в коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят цилиндром 10 см^3 последней порции промывных вод и добавляют 10 см^3 раствора азотнокислого серебра. Появление мути белого цвета указывает на наличие хлоридов.

Отмыв песок от хлоридов, его переносят в выпарительную чашку, просушивают в сушильном шкафу при температуре (130 ± 5) °С и прокаливают в муфельной печи при температуре не ниже 500 °С до полного удаления органических веществ (в течение 10 мин после прекращения выделения дыма).

Подготовленный песок хранят в емкости, плотно закрытой пробкой или крышкой.

7.6.3.4 Подготовка силикагеля

Силикагель сушат в сушильном шкафу при температуре (165 ± 15) °С в течение 3—4 ч, охлаждают и помещают в эксикатор.

После заполнения силикагелем 2/3 нижней части корпуса эксикатора, в эксикатор помещают вставку, в центральное отверстие которой устанавливают тигель, наполненный двухлористым кобальтом массой 1—2 г, за цветом которого периодически наблюдают.

При изменении цвета двухлористого кобальта от голубого до розового силикагель повторно сушат или заменяют на новый.

7.6.4 Проведение испытаний

В стаканчик для взвешивания (или алюминиевую бюксу) со стеклянной палочкой помещают от 20 до 30 г подготовленного песка для испытания сливочного масла и масляных паст или от 35 до 40 г для испытания топленого масла. Стаканчик со стеклянной палочкой и песком сушат вместе с крышкой в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 30—40 мин. После этого стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин, взвешивают и записывают результат до третьего десятичного знака после запятой.

В подготовленный стаканчик помещают от 5 до 6 г продукта и взвешивают с записью результата с точностью до 0,001 г. Открыв крышку стаканчика, осторожно и тщательно перемешивают пробу с песком стеклянной палочкой, равномерно распределяя по дну.

Открытый стаканчик с содержимым и крышку помещают в сушильный шкаф при температуре (102 ± 2) °С на 2 ч, при этом конец резервуара установленного в шкафу термометра должен находиться на уровне стаканчика. По истечении 2 ч стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин, взвешивают и записывают результат до третьего десятичного знака после запятой. Содержимое стаканчика в процессе высушивания рекомендуется периодически осторожно перемешивать стеклянной палочкой для увеличения поверхности испарения и предотвращения спекания.

Последующие взвешивания проводят через каждый час сушки до постоянной массы.

Массу стаканчика с высушенной пробой считают постоянной, если разность между последующими взвешиваниями не превышает 0,001 г. При увеличении разности массы берут данные предыдущего взвешивания.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.6.5 Обработка результатов испытаний

Массовую долю влаги W_1, %, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1 - m_3}, \quad (7)$$

где m_1 — масса стаканчика с песком, стеклянной палочкой и продуктом до высушивания, г;
m_2 — масса стаканчика с песком, стеклянной палочкой и продуктом после высушивания, г;
100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;
m_3 — масса стаканчика с песком и стеклянной палочкой, г.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.6.6.1).

7.6.6 Метрологические характеристики метода

7.6.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение *r* между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать:

- 0,1 % (абс.) для топленого масла и сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 80,0 % до 85,0 %;
- 0,4 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 80,0 %;
- 0,6 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.6.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение *R* между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать:

- 0,2 % (абс.) для топленого масла и сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 80,0 % до 85,0 %;
- 0,6 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 80,0 %;
- 0,9 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.7 Определение массовой доли влаги выпариванием пробы (ускоренный метод)

Метод применим при определении массовой доли влаги в диапазоне от 0,5 % до 60,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

± 0,2 % для топленого масла;
± 0,3 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
± 0,5 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70 %;
± 1,4 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.7.1 Сущность метода

Метод заключается в выпаривании влаги из анализируемого продукта при постоянном нагревании пробы до окончания ее испарения и последующем вычислении массовой доли испарившейся влаги.

7.7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности одноразового взвешивания не более ± 0,005 г и ± 0,02 г.

Весы маслопробные неравноплечные СМП-84-М в комплекте с алюминиевым стаканом, металлическим держателем для чашек, комплектом гирь и рейтеров, с пределом допускаемой абсолютной погрешности одноразового взвешивания не более ± 0,005 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (102 ± 2) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Сетка асбестовая диаметром 130 мм (160 х 160 мм).

Выпариватель влаги с нагревательной ячейкой цилиндрической формы размером диаметра (80 ± 5) мм, обеспечивающей нагревание продукта от 100 ºС до 180 ºС.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Шпатель металлический или шпатель 1(2) по ГОСТ 9147.

Стакан алюминиевый диаметром (60 ± 5) мм, высотой (50 ± 5) мм, с расширенным на 5—15 % краем по отношению к диаметру или с утолщенным рантом толщиной 1—2 мм.

Эксикатор 2-190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 1(2)-175(230) по ГОСТ 9147.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двухлористый безводный.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные, оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика.

Держатель металлический или лабораторные щипцы.

Стекло часовое диаметром (70 ± 5) мм.

Лист металлический (подставка).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

7.7.3 Подготовка к проведению испытаний

7.7.3.1 Подготовка маслопробных весов

Весы собирают и устанавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

На чашку весов помещают алюминиевый стакан и гирю массой 5 или 10 г в зависимости от наименования анализируемого продукта. На нулевую отметку шкалы линейки весов подвешивают два специальных уравновешивающих рейтера: первый непосредственно на отметку шкалы, а второй зацепляют за первый. Весы приводят в равновесие с помощью регулятора тары.

7.7.3.2 Подготовка силикагеля

Силикагель сушат в сушильном шкафу при температуре (165 ± 15) °С в течение 3—4 ч, охлаждают и помещают в эксикатор.

После заполнения силикагелем 2/3 нижней части корпуса эксикатора в эксикатор помещают вставку, в центральное отверстие которой устанавливают тигель, наполненный двухлористым кобальтом массой 1—2 г, за цветом которого периодически наблюдают.

При изменении цвета двухлористого кобальта от голубого до розового силикагель повторно сушат или заменяют на новый.

7.7.3.3 Подготовка бумажных роликов

Бумажные ролики используют в случае необходимости при определении влаги в сливочном масле и масляной пасте с вкусовыми компонентами или со стабилизаторами консистенции, во избежание пригорания сахара и других внесенных компонентов.

Для бумажных роликов используют фильтровальную бумагу, разрезанную на полосы шириной 7— 8 мм и длиной 60—62 мм. Полосы сворачивают посредством стеклянной палочки роликом, который не должен быть очень тугим.

Ролики помещают в алюминиевый стакан, который выдерживают в сушильном шкафу с температурой (102 ± 2) °С в течение 1 ч. Затем стакан с роликами охлаждают в эксикаторе.

Вместо бумажных роликов может быть использована оплавленная стеклянная палочка для перемешивания пробы во время проведения выпаривания.

Стакан с роликами или стеклянной палочкой взвешивают на весах по ГОСТ Р 53228 с точностью до 0,01 г. В случае использования маслопробных весов стакан уравновешивают в нулевой отметке шкалы весов.

7.7.4 Проведение испытаний

7.7.4.1 В подготовленный алюминиевый стакан помещают пробу для анализа массой:

- 10,0 г для топленого масла, сливочного масла без вкусовых компонентов и стабилизаторов консистенции массовой долей жира от 60,0 % до 85,0 %;

- 5,0 г для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 50,0 % до 70,0 %, изготовленного с использованием стабилизаторов консистенции; сливочного масла с вкусовыми компонентами массовой долей жира от 50,0 % до 65,0 % и масляной пасты.

7.7.4.2 При использовании маслопробных весов взвешивание проводят после их подготовки по 7.7.3.1, снимая установленную на чашку весов гирю и помещая в алюминиевый стакан пробу продукта, массой, соответствующей снятой гире, до установления равновесия весов.

7.7.4.3 Стакан с продуктом снимают с весов, помещают в выпариватель влаги или на электрическую плитку с асбестовой сеткой, удерживая стакан с помощью специального металлического держателя или щипцов. Осторожно, особенно вначале, стакан с пробой нагревают, непрерывно помешивая круговыми движениями и поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская вспенивания и разбрызгивания. Нагревание проводят до состояния легкого поверхностного побурения осадка (продукта) и до прекращения потрескивания, что указывает на полное испарение влаги, содержавшейся в продукте.

Признаком окончания испарения влаги служит прекращение вспенивания и треска расплавленной пробы и отсутствие отпотевания часового стекла, периодически помещаемого над стаканом.

7.7.4.4 После окончания выпаривания стакан охлаждают на чистом, гладком металлическом листе и взвешивают.

При использовании весов по ГОСТ Р 53228 взвешивание проводят с записью результата до второго десятичного знака.

При использовании маслопробных весов охлажденный стакан ставят на чашку весов и восстанавливают нарушившееся равновесие путем переноса рейтеров по коромыслу весов вправо. Результат измерения устанавливают, записывая значения показаний шкалы для каждого рейтера.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.7.5 Обработка результатов испытаний

7.7.5.1 Массовую долю влаги W_2, %, при использовании весов по ГОСТ Р 53228, вычисляют по формуле

$$W_2 = \frac{(m_4 - m_5)\cdot 100}{m}, \qquad (8)$$

где m_4 — масса алюминиевого стакана с пробой продукта до нагревания, г;

m_5 — масса алюминиевого стакана с пробой продукта после выпаривания влаги, г;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

m — масса пробы продукта, г.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

7.7.5.2 Массовую долю влаги в продукте W_2, %, при проведении испытания с использованием для взвешивания маслопробных весов вычисляют:

- при массе пробы анализируемого продукта 10,0 г суммированием показаний шкалы, соответствующих положениям рейтеров;
- при массе пробы анализируемого продукта 5,0 г умножением результата показаний шкалы весов, соответствующих положениям рейтеров, на 2.

Одно деление шкалы соответствует 0,1 % массовой доли влаги в продукте.

7.7.5.3 За окончательный результат определений массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.7.6.1).

7.7.6 Метрологические характеристики метода

7.7.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать:

- 0,1 % (абс.) для топленого масла;
- 0,3 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,5 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 1,3 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.7.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать:

- 0,2 % (абс.) для топленого масла;

- 0,4 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,8 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 2,0 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.8 Определение массовой доли влаги (экспресс метод)

Метод применим при определении массовой доли влаги в продукте в диапазоне ее значений от 10,0 % до 60,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

± 0,5 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,6 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70 %;

± 1,3 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.8.1 Сущность метода

Метод основан на термогравиметрическом высушивании пробы продукта с известной исходной массой, взвешивании остатка и вычислении относительного изменения массы.

7.8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы

Анализатор влажности, диапазоном измерения от 0 % до 100 %, диапазоном температуры нагревания от 70 °С до 160 °С, пределом абсолютной инструментальной погрешности прибора не более 0,2 %, абсолютной погрешности взвешивания не более 0,5 мг.

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности одноразового взвешивания не более ± 0,02 г.

Шпатель металлический с широкой лопастью или фарфоровый 1(2) по ГОСТ 9147.

Гиря массой 5 г по ГОСТ OIML R 111-1.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

7.8.3 Подготовка к проведению измерений

7.8.3.1 Перед началом измерения устанавливают рабочие параметры прибора:

- температура выпаривания пробы ..... 120 °С;
- время опроса ..... 20 с;
- порог чувствительности ..... 0,02 %;
- масса пробы для анализа ..... (3,5 ± 0,5) г.

7.8.3.2 Из марли вырезают кружки диаметром 85 — 90 мм. Кружки с марлей помещают на поверхность чашки прибора. Чашку с марлей помещают на крестовину взвешивающего устройства прибора.

Проводят тарирование и градуирование прибора в соответствии с руководством по его эксплуатации, применяя гирю массой 5 г.

7.8.3.3 Чашку с кружками марли по окончании тарирования и градуирования снимают. 3,5 г размягченной пробы для анализа равномерно распределяют шпателем по поверхности кружков марли.

7.8.4 Проведение измерений

Чашку с подготовленной пробой устанавливают на крестовину взвешивающего устройства прибора.

В соответствии с руководством по эксплуатации прибора определяют начальные показания массы пробы и массовой доли влаги в продукте, проводят высушивание пробы и снимают показания результатов измерений (массовой доли влаги и значение общего времени измерения), выводимых на индикатор прибора после его автоматического отключения.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

В случае получения неудовлетворительных результатов определения проводят корректировку параметров проведения измерений в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

7.8.5 Обработка результатов измерений

За окончательный результат определения массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости.

7.8.6 Метрологические характеристики метода

7.8.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух единичных измерений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на

одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,4 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,6 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 1,2 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.8.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных измерений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,7 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,9 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 1,7 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.9 Определение массовой доли сухого обезжиренного вещества высушиванием пробы при температуре (102 ± 2) °С

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества сливочного масла и масляной пасты для определения массовой доли сухого обезжиренного вещества в диапазоне значений от 1,0 % до 25,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли сухого обезжиренного вещества при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 0,1 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,3 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70 %;

± 0,6 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.9.1 Сущность метода

Метод основан на выпаривании влаги из пробы анализируемого продукта, растворении жира петролейным эфиром с удалением его фильтрованием под вакуумом и последующем высушиванием осадка при температуре (102 ± 2) °С до постоянной массы.

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

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (102 ± 2) °С.

Термометр ТЛ-7 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры до 180 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Шпатель 1(2) по ГОСТ 9147.

Цилиндры 1(3)-25(250)-2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2-190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 2-175(230) по ГОСТ 9147.

Кастрюля 1 по ГОСТ 9147.

Тигель ТФ-40(32)-ПОР 160 ХС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 1 по ГОСТ 9147.

Колба с тубусом 2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое диаметром (70 ± 5) мм.

Сетка асбестовая диаметром 130 мм (160 × 160 мм).

Щипцы тигельные.

Шкаф вытяжной лабораторный.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные длиной около 8 см.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двухлористый безводный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эфир петролейный температурой кипения 40,0 °С—70,0 °С.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.9.3 Подготовка к проведению испытаний

Силикагель сушат в сушильном шкафу при температуре (165 ± 15) °С в течение 3—4 ч, охлаждают и помещают в эксикатор.

После заполнения силикагелем 2/3 нижней части корпуса эксикатора в эксикатор помещают вставку, в центральное отверстие которой устанавливают тигель, наполненный двухлористым кобальтом массой 1—2 г, за цветом которого периодически наблюдают.

При изменении цвета двухлористого кобальта от голубого до розового силикагель повторно сушат или заменяют на новый.

7.9.4 Проведение испытаний

Кастрюлю с вложенной в нее стеклянной палочкой и тигель высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин, взвешивают и записывают результат до третьего десятичного знака.

В кастрюлю помещают около 10,000 г продукта, взвешивают и записывают результат до третьего десятичного знака.

Кастрюлю с содержимым помещают на электроплитку с асбестовой сеткой и нагревают, не допуская перегрева, до тех пор, пока не прекратится вспенивание и потрескивание пробы, что указывает на полное испарение влаги. Полное испарение влаги контролируют по отсутствию отпотевания часового стекла, периодически помещаемого над кастрюлей.

Кастрюлю с содержимым охлаждают в эксикаторе в течение 30—40 мин.

Затем к пробе добавляют от 15 до 25 см^3 петролейного эфира и растворяют жир при осторожном перемешивании стеклянной палочкой.

Растворенный жир переносят в тигель, который установлен на воронке Бюхнера, на дне которой находится бумажный фильтр, смоченный петролейным эфиром, и фильтруют при помощи водоструйного насоса.

Осадок в кастрюле промывают несколько раз петролейным эфиром, при этом каждый раз перенося смыв в тигель и фильтруя под вакуумом. Общий объем петролейного эфира составляет 150 см^3.

После чего кастрюлю и тигель помещают в сушильный шкаф при температуре (102 ± 2) °С и сушат в течение 2 ч.

Затем кастрюлю и тигель охлаждают в эксикаторе в течение 30—40 мин, взвешивают и записывают результат до третьего десятичного знака.

Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки до постоянной массы.

Массу кастрюли и тигля с высушенным осадком считают постоянной, если разность между последующими взвешиваниями не превышает 0,001 г. При увеличении разности массы берут данные предыдущего взвешивания.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.9.5 Обработка результатов испытаний

Массовую долю сухого обезжиренного вещества $X'_{сов}$, %, вычисляют по формуле

$$X'_{сов} = \frac{(m_6 - m_7) + (m_8 - m_9)}{m_{10} - m_9} \cdot 100, \qquad (9)$$

где m_6 — масса тигля с осадком, г;

m_7 — масса пустого тигля, г;

m_8 — масса кастрюли с осадком, г;

m_9 — масса пустой кастрюли, г;

m_{10} — масса кастрюли с анализируемой пробой, г;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли сухого обезжиренного вещества принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.9.6.1).

7.9.6 Метрологические характеристики метода

7.9.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать:

- 0,1 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,3 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 0,6 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.9.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать:

- 0,2 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,4 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 0,9 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.10 Определение массовой доли сухого обезжиренного вещества (ускоренный метод)

Метод применим для определения массовой доли сухого обезжиренного вещества в диапазоне значений от 1,0 % до 25,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли сухого обезжиренного вещества при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

± 0,2 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,4 % для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70 %;

± 0,9 % для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.10.1 Сущность метода

Метод основан на выпаривании влаги из анализируемой пробы продукта с последующей экстракцией жира бензином или этиловым эфиром и высушивании при постоянном нагревании осадка до полного удаления растворителя с последующим определением массы оставшегося вещества.

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

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,005 г.

Весы маслопробные неравноплечные СМП-84 в комплекте с алюминиевым стаканом, металлическим держателем для чашек, комплектом гирь и рейтеров.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (102 ± 2) °С.

Шкаф вытяжной лабораторный.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, с терморегулятором.

Сетка асбестовая диаметром 130 мм (160 × 160 мм).

Выпариватель влаги с нагревательной ячейкой цилиндрической формы размером диаметра (80 ± 5) мм, обеспечивающей нагревание продукта от 100 °С до 180 °С.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Шпатель металлический или шпатель 1(2) по ГОСТ 9147.

Стакан алюминиевый размером диаметра дна (60 ± 5) мм, высотой (50 ± 5) мм с расширенным на 5—15 % краем по отношению к диаметру дна или краем толщиной 1—2 мм.

Эксикатор 2-190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 1(2)-175(230) по ГОСТ 9147.

Цилиндры 1(3)-50-2 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика.

Держатель металлический или лабораторные щипцы.

Стекло часовое размером диаметра (70 ± 5) мм.

Лист металлический (подставка).

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двухлористый безводный.

Эфир диэтиловый плотностью 0,7135 г/см^3.

Бензин—растворитель для резиновой промышленности Нефрас С2-80/120 или Нефрас С3-80/120.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.10.3 Подготовка к проведению испытаний

Подготовка к проведению испытаний — по 7.7.3.

7.10.4 Проведение испытаний

7.10.4.1 Определение массовой доли обезжиренного сухого вещества в продукте проводят после определения в нем массовой доли влаги по 7.7.

Перед началом определения массовой доли влаги в алюминиевый стакан рекомендуется вкладывать стеклянную палочку.

Остаток продукта в алюминиевом стакане после определения массовой доли влаги по 7.7 нагревают при температуре 40 °С — 50 °С до расплавления жира, приливают 50 см^3 растворителя (бензина или этилового эфира), смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют в покое на 3—5 мин для осаждения осадка.

Примечание — Плавающие на поверхности растворителя частицы, не осевшие на дно, указывают на неполное выпаривание влаги. В этом случае испытание должно быть повторено.

После отстаивания осадка раствор жира в бензине или этиловом эфире осторожно сливают, не взмучивая осадка, оставляя в стакане 1—2 см^3 раствора. Обработку осадка бензином (этиловым эфиром) повторяют три раза.

Оставшийся в стакане осадок с растворителем нагревают на электроплитке до полного удаления бензина (или этилового эфира). Полное удаление растворителя определяют по внешнему виду осадка. Он должен быть рассыпчатым при перемешивании его стеклянной палочкой.

Стакан с содержимым охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают на весах по ГОСТ Р 53228.

7.10.4.2 При определении массовой доли сухого обезжиренного вещества с использованием маслопробных весов алюминиевый стакан с высушенным и охлажденным осадком и гирю массой, соответствующей массе пробы, используемой для определения влаги (10 или 5 г), помещают на чашку весов. Рейтер, которым устанавливали показание массовой доли влаги, помещают на нулевую отметку весов. Дополнительный рейтер, не применявшийся во взвешивании, помещают на шкалу весов справа на отметку 21 и перемещают его влево по шкале до установления равновесия. Отсчет массовой доли сухих обезжиренных веществ проводят по шкале весов справа от отметки 21 до рейтера, которым устанавливали равновесие. Одно деление шкалы соответствует 0,1 % массовой доли сухого обезжиренного вещества.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.10.5 Обработка результатов испытаний

7.10.5.1 Массовую долю сухого обезжиренного вещества $X''_{сов}$, %, при проведении испытания с использованием весов по ГОСТ Р 53228 вычисляют по формуле

$$X''_{сов} = \frac{(m_{11} - m_{12}) \cdot 100}{m_{13} - m_{12}}, \qquad (10)$$

где m_{11} — масса стакана с осадком после удаления раствора жира в бензине (или этиловом эфире), г;

m_{12} — масса пустого стакана со стеклянной палочкой, г;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

m_{13} — масса стакана со стеклянной палочкой и анализируемой пробой продукта, г.

7.10.5.2 Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

7.10.5.3 Массовую долю сухого обезжиренного вещества в продукте $X''_{сов}$, %, при проведении испытания с использованием для взвешивания маслопробных весов и массе пробы 10,0 г определяют отсчетом показаний шкалы, соответствующих положениям рейтеров.

Массовую долю сухого обезжиренного вещества в продукте $X''_{сов}$, %, при массе пробы 5,0 г и проведении испытания с использованием для взвешивания маслопробных весов вычисляют умножением результата показаний шкалы весов на 2.

7.10.5.4 За окончательный результат определений массовой доли сухого обезжиренного вещества принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.10.6.1).

7.10.6 Метрологические характеристики метода

7.10.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать:

- 0,2 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,4 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70 %;
- 0,9 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.10.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,3 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,5 % (абс.) для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %;
- 1,3 % (абс.) для сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты.

7.11 Определение массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка расчетным методом

7.11.1 Массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) для сливочного масла, изготовленного без применения вкусовых компонентов и стабилизаторов консистенции $X_{сомо}$, соответствует массовой доле сухого обезжиренного вещества $X_{сов}$, вычисленного по формуле 9 или 10, т. е. $X_{сомо} = X_{сов}$.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 0,2 %.

7.11.2 Массовую долю СОМО соленого сливочного масла $X'_{сомо}$, %, изготовленного без стабилизаторов консистенции, вычисляют по формуле

$$X'_{сомо} = X_{сов} - X_6, \quad (11)$$

где $X_{сов}$ — массовая доля сухого обезжиренного вещества соленого сливочного масла, вычисленная по формуле 9 или 10, %;

X_6 — массовая доля хлористого натрия (поваренной соли), определенная по 7.12, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 0,22 %.

7.11.3 Массовую долю СОМО в сливочном масле без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 %, изготовленного со стабилизатором консистенции $X''_{сомо}$, %, вычисляют по формуле

$$X''_{сомо} = X_{сов} - X_7, \quad (12)$$

где X_7 — массовая доля стабилизатора консистенции, определенная расчетным путем на основе рецептур, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют ± 0,4 %.

7.11.4 Массовую долю СОМО в сливочном масле с вкусовыми компонентами массовой долей жира от 50,0 % до 65,0 % и масляной пасте $X'''_{\text{сомо}}$, %, вычисляют по формуле

$$X'''_{\text{сомо}} = X_{\text{сов}} - X_6 - X_7 - X_8 - X_9, \quad (13)$$

где X_6 — массовая доля поваренной соли (в случае использования), определенная по 7.12, %;

X_7 — массовая доля стабилизатора консистенции (в случае использования), определенная расчетным путем на основе рецептур, %;

X_8 — массовая доля сахарозы (в случае использования), определенная по 7.13, %;

X_9 — массовая доля вкусовых компонентов (в случае использования), определенная расчетным путем на основе рецептур, %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют ± 3,0 %.

7.12 Определение массовой доли хлористого натрия (поваренной соли)

Метод применим для определений массовой доли хлористого натрия (поваренной соли) в диапазоне от 0,5 % до 3,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли хлористого натрия при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют:

± 0,02 % для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,03 % для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира менее 70 %, для соленого кисло-сливочного масла и соленой масляной пасты.

7.12.1 Сущность метода

Метод основан на осадительном титровании содержащихся в продукте хлоридов раствором азотнокислого серебра при использовании хромовокислого калия в качестве индикатора.

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

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер ценой деления не более ± 0,2 с.

Шкаф сушильный с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру до 130 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Колба мерная 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-100(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)-25(100)-2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75(100)-80(110) по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-3-1-25-0,05 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(5) по ГОСТ 29228.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Шпатель 1(2) по ГОСТ 9147.

Перчатки или теплостойкие напальчники из замши.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Серебро азотнокислое стандарт-титр молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.12.3 Подготовка к проведению испытаний

7.12.3.1 Приготовление раствора хромовокислого калия массовой долей 10 %

10,0 г хромовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 90 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.12.3.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

17,00 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 300 — 400 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра определяют следующим образом.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 взвешивают около 0,130 г хлористого натрия. Вносят 25 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают, добавляют 3—4 капли раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном помешивании до изменения окраски от лимонной до слабой оранжево-коричневой, устойчивой в течение 30 с.

Примечание — Для установления коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра используют не менее трех навесок хлористого натрия.

Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 K_1 рассчитывают по формуле

$$K_1 = \frac{m_{14} \cdot 1000}{58{,}443 \cdot c \cdot V}, \qquad (14)$$

где m_{14} — масса хлористого натрия, г;

1000 — коэффициент пересчета дм^3 в см^3.

58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

c — заданная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, равная 0,1 моль/дм^3;

V — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой массе хлористого натрия, расхождения между которыми не должны превышать 0,0010. За окончательный результат измерений коэффициента поправки принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных измерений.

Допускается готовить раствор азотнокислого серебра, используя стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

7.12.3.3 Подготовка контрольной пробы

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 5 см^3 дистиллированной воды вместо 5 г продукта. Все дальнейшие операции проводят по 7.12.4 аналогично операциям, осуществляемым с пробой продукта.

Испытания контрольной пробы проводят не менее двух раз.

7.12.4 Проведение испытаний

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 взвешивают 4,9—5,1 г продукта, добавляют в колбу 100 см^3 кипящей дистиллированной воды, выдерживают в течение 5—10 мин при периодическом перемешивании содержимого колбы.

После охлаждения до температуры (53 ± 2) °С в смесь добавляют 1 см^3 раствора хромовокислого калия, тщательно перемешивают.

Содержимое колбы титруют раствором азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 при непрерывном перемешивании до перехода лимонно-желтой окраски в слабо оранжево-коричневую, устойчивую в течение 30 с.

Примечание — При испытании соленого кисло-сливочного масла перед титрованием добавляют на кончике шпателя углекислый кальций, тщательно перемешивают.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.12.5 Обработка результатов испытаний

Массовую долю хлористого натрия (поваренной соли) X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c_1 \cdot K_1 \cdot 58{,}443 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (15)$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы продукта, см^3;

V_2 — среднее значение объема раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование контрольной пробы, см^3;

c_1 — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, равная 0,1 моль/дм^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра, определенный по 7.12.3.2;

58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

m — масса пробы продукта, г;

1000 — коэффициент пересчета дм^3 в см^3.

Вычисления результатов единичных определений проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли хлористого натрия принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.12.6.1).

7.12.6 Метрологические характеристики метода

7.12.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать:

- 0,02 % (абс.) для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,03 % (абс.) для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 %, для соленого кисло-сливочного масла и соленой масляной пасты.

7.12.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать:

- 0,03 % (абс.) для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,04 % (абс.) для соленого сладко-сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 %, для соленого кисло-сливочного масла и соленой масляной пасты.

7.13 Определение массовой доли сахарозы

Метод применим для определений массовой доли сахарозы в диапазоне от 3,0 % до 20,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли сахарозы при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ составляют:

± 0,7 % для сливочного масла массовой долей сахарозы от 10,0 % до 18,0 %;

± 0,4 % для сливочного масла и масляной пасты массовой долей сахарозы от 5,0 % до 10,0 %.

7.13.1 Сущность метода

Метод основан на окислении йодом в щелочной среде редуцирующих сахаров, содержащих альдегидную группу. Массовую долю сахарозы определяют по разности между количеством взятого и неизрасходованного йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия.

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

Весы со значением СКО, не превышающим 0,03 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 50 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (158 ± 2) °С.

Часы по ГОСТ 27752 или часы сигнальные по ГОСТ 3145.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, с терморегулятором.

Колбы мерные 1(2)-100(200, 250, 1000)-1(2) ТХС по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-2-5(10, 20, 25, 50) по ГОСТ 29169.

Бюретки 1(2, 3)-1(2)-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Воронка делительная ВД-1(3)-250 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1(2)-100(150) ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1-500(750)-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75(100)-110(140) по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика.

Йод по ГОСТ 4159.

Йод стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Калий двухромовокислый стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота соляная стандарт-титр молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрия гидроокись стандарт-титр молярной концентрации 0,1 и 1,0 моль/дм^3.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.13.3 Подготовка к проведению испытаний

7.13.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (раствор Фелинга № 1)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 69,260 г перекристаллизованной сернокислой меди, не содержащей железа, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.13.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм^3 для инверсии

К 120 см^3 соляной кислоты плотностью 1190 кг/дм^3 добавляют 80 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.13.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.13.3.4 Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

а) Приготовление раствора из сухой соли

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают 20,0 — 25,0 г йодистого калия и растворяют в возможно малом количестве дистиллированной воды. В стакан с раствором йодистого калия прибавляют 12,700 г металлического йода. Содержимое стакана перемешивают до полного растворения металлического йода и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

б) Приготовление раствора из стандарт-титра

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой в затемненном месте при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.13.3.5 Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

а) Приготовление раствора из сухой соли

4,9038 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при температуре (158 ± 2) °С, взвешивают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешивают. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

б) Приготовление раствора из стандарт-титра

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.13.3.6 Приготовление раствора крахмала массовой концентрации 10 г/дм^3

1,000 г крахмала растворяют в 10 см^3 холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании к 90 см^3 кипящей дистиллированной воды. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Допускается хранить пропастеризованный раствор крахмала при температуре не более 10 °С не более 3 сут.

7.13.3.7 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 24,800 г серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия), растворяют его в небольшом количестве бидистиллированной воды, прибавляют 0,200 г безводного углекислого натрия и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия можно использовать свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

Допускается приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при комнатной температуре — 3 мес.

7.13.3.8 Определение массовой концентрации раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия)

В коническую колбу вместимостью 500—750 см^3 с притертой пробкой вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, полученной разбавлением концентрированной соляной кислоты дистиллированной водой в соотношении 1:5, 20 см^3 раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, после чего титруют раствором тиосульфата натрия (массовую концентрацию которого устанавливают), приливая его из бюретки постепенно, все время перемешивая жидкость. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, в колбу добавляют 1 см^3 раствора крахмала массовой концентрации 10 г/дм^3 и для более четкого определения окончания титрования

250—300 см^3 воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого, обусловленного ионами трехвалентного хрома.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия *M,* г/см^3, вычисляют по формуле

$$M = \frac{0{,}0171 \cdot 20}{V_3}, \qquad (16)$$

где 0,0171 — массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

20 — объем раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_3 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование 20 см^3 раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3.

7.13.3.9 Приготовление растворов гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 и 1,0 моль/дм^3

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое каждой ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.13.3.10 Приготовление раствора индикатора метилового оранжевого массовой концентрации 1 г/дм^3

0,1 г метилового оранжевого помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 80 см^3 горячей воды. Затем раствор охлаждают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.13.3.11 Приготовление раствора соляной кислоты

Концентрированную соляную кислоту разводят дистиллированной водой в соотношении 1 : 5 по объему.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 9 мес.

7.13.4 Проведение испытаний

7.13.4.1 Отделение жира

10,00 г продукта с сахарозой взвешивают в стакане вместимостью 100 см^3. В стакан вносят пипеткой 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры (45 ± 5) °С. После того как продукт расплавился, содержимое стакана тщательно перемешивают и переносят в сухую делительную воронку.

После отстаивания жира большую часть водной вытяжки сливают из воронки в сухую колбу.

7.13.4.2 Фильтрование

40 см^3 водной вытяжки (соответствует 8 г анализируемого продукта) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, затем вносят дистиллированную воду приблизительно до половины объема. В колбу с раствором водной вытяжки продукта приливают 5 см^3 раствора Фелинга № 1 по 7.13.3.1 и 2 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3 по 7.13.3.9. Содержимое колбы перемешивают, доливают водой до метки и после вторичного, тщательного перемешивания оставляют на 20—30 мин для отстаивания. Прозрачный слой жидкости, находящийся над осадком, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

7.13.4.3 Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии

Пипеткой 25 см^3 фильтрата, приготовленного по 7.13.4.2, вносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3. Затем пипеткой приливают в колбу 25 см^3 раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и из бюретки, при непрерывном перемешивании, 37,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. Затем колбу закрывают притертой пробкой и оставляют в покое в темном месте.

Через 20 мин в колбу приливают 8 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см^3 раствора крахмала массовой концентрации 10 г/дм^3 и титрование продолжают до исчезновения синей окраски.

После титрования записывают объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование выделившегося йода.

7.13.4.4 Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 фильтрата, приготовленного по 7.13.4.2. Колбу закрывают пробкой с вставленным в нее термометром так, чтобы ртутный резервуар находился в жидкости, и нагревают в водяной бане температурой (65 ± 2) °С.

Приоткрыв пробку, в колбу вносят 2,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм^3, жидкость перемешивают и помещают в водяную баню при температуре (68 ± 2) °С.

Через 10 мин после внесения соляной кислоты колбу с термометром вынимают из водяной бани и быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

После прибавления одной капли раствора метилового оранжевого в колбу при непрерывном перемешивании приливают по каплям раствор гидроокиси натрия молярной концентрациеи 1 моль/дм^3 до наступления слабокислой реакции (переход окраски раствора из розовой в желтую). Термометр вынимают из колбы после промывания его первыми каплями раствора гидроокиси натрия.

В колбу пипеткой вносят 25 см^3 раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, а из бюретки, при непрерывном перемешивании, 37,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Затем колбу закрывают притертой пробкой и оставляют в покое в темном месте.

Через 20 мин в колбу приливают 8 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см^3 раствора крахмала массовой концентрации 10 г/дм^3 и титрование продолжают до исчезновения синей окраски.

После окончания титрования определяют объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование выделившегося йода. Конец титрования устанавливают по резкому переходу синей окраски в бледно-розовую, обусловленную наличием индикатора метилового оранжевого.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.13.5 Обработка результатов испытаний

7.13.5.1 Массовую долю сахарозы X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V_4 - V_5) \cdot M \cdot 100 \cdot 0{,}99}{m}, \qquad (17)$$

где V_4 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см^3;

V_5 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см^3;

M — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

0,99 — коэффициент, найденный эмпирическим путем;

m — масса пробы продукта, равная 0,8 г, содержащаяся в 25 см^3 фильтрата, взятого для титрования и приготовленного по 7.13.4.1 и 7.13.4.2.

Вычисление результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли сахарозы принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.13.6.1).

7.13.6 Метрологические характеристики метода

7.13.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать при доверительной вероятности P = 0,95:

- 0,7 % (абс.) для сливочного масла с массовой долей сахарозы от 10,0 % до 18,0 %;
- 0,4 % (абс.) для сливочного масла и масляной пасты массовой долей сахарозы от 5,0 % до 10,0 %.

7.13.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать при доверительной вероятности P = 0,95:

- 1,0 % (абс.) для сливочного масла с массовой долей сахарозы от 10,0 % до 18,0 %;
- 0,6 % (абс.) для сливочного масла и масляной пасты с массовой долей сахарозы от 5,0 % до 10,0 %.

7.14 Определение титруемой кислотности продукта

Метод применим для определения титруемой кислотности, измеряемой в градусах Кеттстофера, для сливочного масла и масляной пасты без вкусовых компонентов, топленого масла и молочного жира в диапазоне от 1,0 до 6,0 °К.

Границы абсолютной погрешности результатов определений титруемой кислотности продукта при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 0,1 °К для топленого масла и молочного жира, сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,2 °К для сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты.

7.14.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации свободных кислот, кислых солей и свободных кислотных групп, содержащихся в анализируемом продукте, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,02 г.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 40 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С или баня водяная с нагревательным прибором.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер ценой деления не более ± 0,2 с.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Колбы мерные 1(2)-100(1000)-1(2) по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-50(100, 2000) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-1(10, 20) по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-1-10 (25,100)-2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1-3-1-10-0,02 по ГОСТ 29251.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Кружка 4 по ГОСТ 9147.

Склянка промывная по ГОСТ 25336.

Шпатель 4 или ложка 4 по ГОСТ 9147.

Штатив лабораторный.

Натрия гидроокись стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Фенолфталеин.

Кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462.

Эфир диэтиловый плотностью 0,7135 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.14.3 Подготовка к проведению испытаний

7.14.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 20 %

200,0 г гидроокиси натрия помещают в фарфоровую кружку, осторожно приливают небольшими порциями 800 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.14.3.2 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоты

Дистиллированную воду в конической колбе вместимостью 2000 см^3 нагревают до бурного кипения и кипятят в течение 30 мин. После чего колбу закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная с помощью резиновой трубки с промывной склянкой, в которую помещен раствор гидроокиси натрия массовой долей 20 %.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.14.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора гидроокиси натрия используют стандарт-титр. В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой, подготовленной по 7.14.3.2, до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.14.3.4 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3

1,0 г фенолфталеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 80 см^3 этилового спирта. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

При использовании подготовленного раствора фенолфталеина для проведения измерений применяют капельницу.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.14.3.5 Приготовление раствора сернокислого кобальта массовой концентрации 25 г/дм^3

2,5 г сернокислого кобальта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30—40 см^3 дистиллированной воды. После полного растворения сернокислого кобальта раствор доливают дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — 6 мес.

7.14.3.6 Приготовление нейтрализованного раствора этилового спирта или смеси этилового спирта и диэтилового эфира в соотношении 1 : 1 по объему

В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят 20 см^3 этилового спирта или 20 см^3 смеси этилового спирта и эфира, 3 капли фенолфталеина. Смесь нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Нейтрализованные этиловый спирт или смесь этилового спирта и диэтилового эфира готовят непосредственно перед измерением кислотности продукта.

7.14.3.7 Приготовление контрольного эталона окраски

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5,0 г продукта и 20 см^3 нейтрализованного этилового спирта или нейтрализованной смеси этилового спирта и диэтилового эфира, добавляют 2 см^3 раствора сернокислого кобальта, перемешивают.

Срок хранения контрольного эталона окраски при комнатной температуре — не более 8 ч.

7.14.4 Проведение испытаний

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5,0 г продукта. Затем колбу нагревают в водяной бане температурой (40 ± 5) °С при постоянном перемешивании круговыми движениями до равномерного расплавления продукта. В расплавленный продукт вносят 20 см^3 нейтрализованного этилового спирта или нейтрализованной смеси этилового спирта и диэтилового эфира, 3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 при постоянном перемешивании до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по 7.14.3.7.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.14.5 Обработка результатов испытаний

Титруемую кислотность продукта вычисляют умножением на 2 объема раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, выраженного в кубических сантиметрах, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в 5 г продукта.

Вычисление результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений титруемой кислотности продукта принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.14.6.1).

Титруемая кислотность топленого масла и молочного жира приравнивается титруемой кислотности их жировой фазы.

7.14.6 Метрологические характеристики метода

7.14.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних

и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,1 °К для топленого масла и молочного жира, сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

- 0,2 °К для сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты без вкусовых компонентов.

7.14.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,2 °К для топленого масла и молочного жира, сливочного масла без вкусовых компонентов массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

- 0,3 °К для сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты без вкусовых компонентов.

7.15 Определение титруемой кислотности жировой фазы

Метод применим для определения титруемой кислотности жировой фазы продукта, измеряемой в градусах Кеттстофера, в диапазоне от 1,0 до 6,0 °К.

Границы абсолютной погрешности результатов определений титруемой кислотности жировой фазы продукта при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 0,1 °К для сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;

± 0,2 °К для сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты.

7.15.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в жировой фазе продукта, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

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

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,02 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (50 ± 5) °С.

Термометр ТЛ-7 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 40 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С или баня водяная с нагревательным прибором.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 1(2)-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-(100, 250)-34(50) ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-1-10(25,100)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2, 4)-2-1(5, 10, 20, 25, 50) по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-1-10-0,02 по ГОСТ 29251.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75(100)-110(140) по ГОСТ 25336.

Секундомер ценой деления не более ± 0,2 с.

Шпатель 1(2) по ГОСТ 9147.

Штатив лабораторный.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрия гидроокись стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин.

Кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.15.3 Подготовка к проведению испытаний

7.15.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 20 % — по 7.14.3.1.

7.15.3.2 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, — по 7.14.3.2.

7.15.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 — по 7.14.3.3.

7.15.3.4 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3 — по 7.14.3.4.

7.15.3.5 Приготовление раствора сернокислого кобальта массовой концентрации 25 г/дм^3 — по 7.14.3.5.

7.15.3.6 Приготовление нейтрализованного раствора этилового спирта или смеси этилового спирта и диэтилового эфира в соотношении 1 : 1 — по 7.14.3.6.

7.15.3.7 Выделение жировой фазы сливочного масла и масляной пасты

В стакан вместимостью 250 см^3 взвешивают около 150 г анализируемого продукта. Стакан помещают в водяную баню или сушильный шкаф при температуре (50 ± 5) °С и выдерживают до полного расплавления и разделения пробы на жир и плазму. Стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и осторожно сливают верхний слой жира, фильтруя его через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100 см^3.

При неудовлетворительном разделении фаз при испытании сливочного масла, изготовленного с использованием стабилизаторов консистенции и эмульгаторов, сливочного масла с вкусовыми компонентами и масляной пасты пробу перед помещением в водяную баню замораживают в течение 3 — 4 ч.

Допускается для полного разделения фаз перед расплавлением выдерживать пробу продукта при минусовой температуре в течение 24 ч или разделение фаз проводить центрифугированием.

7.15.3.8 Приготовление контрольного эталона окраски

К 5,0 г жировой фазы продукта добавляют 20 см^3 нейтрализованного этилового спирта или нейтрализованной смеси этилового спирта и диэтилового эфира и 2 см^3 раствора сернокислого кобальта. Смесь перемешивают.

Срок хранения контрольного эталона окраски при комнатной температуре — не более 8 ч.

7.15.4 Проведение испытаний

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5,0 г жировой фазы сливочного масла или масляной пасты, выделенной по 7.15.3.7.

Колбу с жировой фазой нагревают в водяной бане температурой (40 ± 5) °С при постоянном перемешивании круговыми движениями до равномерного расплавления содержимого. В расплавленный жир вносят 20 см^3 нейтрализованного этилового спирта или нейтрализованной смеси этилового спирта и диэтилового эфира, 3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 при постоянном перемешивании до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по 7.15.3.8.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.15.5 Обработка результатов испытаний

Титруемую кислотность жировой фазы продукта вычисляют умножением на 2 объема раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, выраженного в кубических сантиметрах, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в 5 г жировой фазы продукта.

Вычисление результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений титруемой кислотности жировой фазы продукта принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.15.6.1).

7.15.6 Метрологические характеристики метода

7.15.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних

и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,1 °К для сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,2 °К для сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты.

7.15.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 0,2 °К для сливочного масла массовой долей жира от 70,0 % до 85,0 %;
- 0,3 °К для сливочного масла массовой долей жира менее 70,0 % и масляной пасты.

7.16 Определение титруемой кислотности молочной плазмы

Метод применим для определения титруемой кислотности молочной плазмы, измеряемой в градусах Тернера, сливочного масла и масляной пасты без вкусовых компонентов в диапазоне от 10,0 °Т до 70,0 °Т.

Границы абсолютной погрешности результатов определений титруемой кислотности молочной плазмы при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

± 1,4 °Т для сладко-сливочного масла и масляных паст;

± 2,6 °Т для кисло-сливочного масла.

7.16.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации свободных кислот, кислых солей и свободных кислотных групп, содержащихся в молочной плазме продукта, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

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

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,02 г.

Секундомер ценой деления не более ± 0,2 с.

Центрифуга частотой вращения ротора (1300 ± 200) мин$^{-1}$.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (50 ± 5) °С.

Термометр ТЛ-7 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 40 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С или баня водяная с нагревательным прибором.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 1(2)-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-(100, 250)-34(50) ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В-2-100(2000) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-1-100-2 по ГОСТ 1770.

Жиромеры стеклянные 1-40 по ГОСТ 23094.

Пипетки 1(2, 4)-2-1(10, 20, 25, 50) по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-1-10(25)-0,05 по ГОСТ 29251.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Штатив лабораторный.

Пробки резиновые для жиромеров.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись стандарт-титр, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин.

Кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.16.3 Подготовка к проведению испытаний

7.16.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 20 % — по 7.14.3.1.

7.16.3.2 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, — по 7.14.3.2.

7.16.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 — по 7.14.3.3.

7.16.3.4 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3 — по 7.14.3.4.

7.16.3.5 Приготовление раствора сернокислого кобальта массовой концентрации 25 г/дм^3 — по 7.14.3.5.

7.16.3.6 Выделение молочной плазмы из сливочного масла и масляной пасты

В стакан вместимостью 250 см^3 взвешивают около 150 г анализируемого продукта. Стакан помещают в водяную баню или сушильный шкаф при температуре (50 ± 5) °С и выдерживают до полного расплавления и разделения пробы на жир и плазму.

Стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и проводят отбор пробы молочной плазмы для анализа.

При хорошем разделении фаз отбор плазмы проводят пипеткой непосредственно из стакана с продуктом. Для этого пробу сливочного масла или масляной пасты с разделившимися фазами (жир и плазма) охлаждают до комнатной температуры для образования на поверхности пробы застывшего молочного жира. Затем пипетку объемом 25 или 50 см^3, при закрытом верхнем отверстии, осторожно под прямым углом опускают в стакан с продуктом, проколов застывший жир так, чтобы сливной кончик пипетки касался дна. Отбирают не менее 30 см^3 молочной плазмы, не допуская попадания в пипетку жира. Попавший на поверхность пипетки жир удаляют фильтровальной бумагой и только после этого отобранную молочную плазму помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см^3, из которого отбирают пробу для анализа.

В случае плохого разделения фаз стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и осторожно сливают верхний слой жира.

Оставшуюся в стакане после отделения жира плазму переносят в жиромер, заполняя его до основания горловины. Жиромер плотно закрывают пробкой, помещают в центрифугу и центрифугируют 5 мин. Затем жиромер помещают в высокий стакан с холодной водой градуированной частью вверх так, чтобы уровень воды был выше уровня содержимого жиромера, и выдерживают до застывания молочного жира, отделившегося от молочной плазмы в процессе центрифугирования. Свободную от жира молочную плазму осторожно выливают в стакан вместимостью 100 см^3 и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

От пробы сливочного масла или масляной пасты, изготовленных с использованием стабилизатора консистенции, после разделения фаз жира и молочной плазмы, молочную плазму отбирают при температуре 30 °С — 35 °С, так как она имеет вязкую консистенцию.

7.16.3.7 Приготовление контрольного эталона окраски

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают 10 см^3 молочной плазмы и 20 см^3 дистиллированной воды, затем добавляют 1 см^3 раствора сернокислого кобальта. Смесь тщательно перемешивают.

Допускается при приготовлении контрольного эталона окраски взамен молочной плазмы использовать обезжиренное молоко или пахту.

Срок хранения контрольного эталона окраски при комнатной температуре — не более 8 ч.

7.16.4 Проведение испытаний

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 отмеряют 20 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 молочной плазмы, выделенной по 7.16.3.6.

Полученной смесью 3—4 раза промывают пипетку для удаления из нее остатков молочной плазмы и получения однородной смеси. Затем прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют при постоянном перемешивании раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин и соответствующего контрольному эталону окраски по 7.16.3.7.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.16.5 Обработка результатов испытаний

Титруемую кислотность молочной плазмы, в градусах Тернера (°Т), определяют умножением на 10 объемов раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, выраженного в кубиче-

ских сантиметрах, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в определенной массе молочной плазмы.

Вычисление результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений кислотности молочной плазмы принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.16.6.1).

7.16.6 Метрологические характеристики метода

7.16.6.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 1,4 °Т для сладко-сливочного масла и масляных паст;
- 2,5 °Т для кисло-сливочного масла.

7.16.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать:

- 2,0 °Т для сладко-сливочного масла и масляных паст;
- 4,0 °Т для кисло-сливочного масла.

7.17 Определение массовой доли влаги в молочном жире

Определение массовой доли влаги в молочном жире — по ГОСТ 11812 (раздел 2).

7.18 Определение активной кислотности (pH) молочной плазмы

Активную кислотность (pH) молочной плазмы, выделенной из сливочного масла или масляной пасты, — по ГОСТ Р 51456.

7.19 Определение массовой доли витамина А в витаминизированном продукте

7.19.1 Определение массовой доли витамина А — по ГОСТ 30417.

7.19.2 Массовую долю витамина А X_{10}, %, рассчитывают по формуле

$$X_{10} = \frac{K_2 \cdot V_6 \cdot 100}{3300 \cdot m}, \qquad (18)$$

где K_2 — концентрация витамина А в хлороформном растворе, определенная по калибровочному графику, международная единица/см^3;

V_6 — объем раствора витамина А в хлороформе, см^3;

100 — коэффициент пересчета на 100 г продукта;

3300 — коэффициент перевода международных единиц в граммы;

m — масса анализируемой пробы, г.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.18.3.1).

7.19.3 Метрологические характеристики метода

7.19.3.1 Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 13 % среднеарифметического значения массовой доли витамина А.

7.19.3.2 При массовой доле витамина А в продукте до 0,001 % предел допустимой погрешности результата определения при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 16 % относительно среднеарифметического значения.

7.20 Определение фальсификации продукта растительными жирами

Фальсификацию жировой фазы продукта жирами немолочного происхождения устанавливают по ГОСТ Р 51471 или ГОСТ Р 52253 (пункт 7.13).

7.21 Определение массовой доли бутилгидрокситолуола в топленом масле

Определение массовой доли бутилгидрокситолуола в топленом масле — по ГОСТ 11254.

7.22 Определение массовой доли консервантов в сливочном масле и масляной пасте

Определение массовой доли консервантов сорбиновой и бензойной кислоты и их солей в сливочном масле массовой долей жира от 50,0 % до 70,0 % и масляной пасте — по ГОСТ Р 52179.

7.23 Определение термоустойчивости

Термоустойчивость сливочного масла и масляной пасты — по ГОСТ Р 52253.

7.24 Определение перекисного числа

Определение перекисного числа молочного жира и жировой фазы сливочного масла и масляной пасты проводят по ГОСТ Р 51453 или ГОСТ Р 51487 с подготовкой жировой фазы сливочного масла или масляной пасты по 7.15.3.7.

7.25 Определение кислотного числа

Определение кислотного числа молочного жира и жировой фазы сливочного масла и масляной пасты проводят по ГОСТ Р 50457 с подготовкой жировой фазы сливочного масла или масляной пасты по 7.15.3.7.

7.26 Определение энергетической ценности

7.26.1 Метод применим для вычисления энергетической ценности сливочного масла и масляных паст, изготовленных без вкусовых компонентов, в диапазоне массовой доли жира от 39,0 % до 85,0 %.

Границы относительной погрешности результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 1,7 %.

7.26.2 Энергетическую ценность (калорийность) 100 г сливочного масла и масляных паст Э, ккал, изготовленных без вкусовых компонентов, определяют расчетным методом по формуле

$$Э = K_3 \cdot 0{,}38 \cdot X_{сомо} + K_4 \cdot X_ж + K_5 \cdot 0{,}54 \cdot X_{сомо}, \quad (19)$$

где K_3 — коэффициент энергетической ценности 1 г белков, равный 4,0 ккал;

0,38 — коэффициент, устанавливающий взаимосвязь между массовой долей СОМО и белка в сливочном масле и масляной пасте в диапазоне значений массовой доли жира от 39,0 % до 85,0 %;

$X_{сомо}$ — массовая доля СОМО, определенная по 7.11, %;

K_4 — коэффициент энергетической ценности 1 г жира, равный 9,0 ккал;

$X_ж$ — массовая доля жира (X_1, X_2, X_3, X_4 или X_5), %;

K_5 — коэффициент энергетической ценности 1 г углеводов, равный 4,0 ккал;

0,54 — коэффициент, устанавливающий взаимосвязь между массовой долей СОМО и углеводов в сливочном масле и масляной пасте в диапазоне значений массовой доли жира от 39,0 % до 85,0 %.

8 Оформление результатов испытаний

Результат испытаний в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$A \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95,$$

где A — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, признанных приемлемыми, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %.

9 Контроль точности результатов испытаний

9.1 Проверка приемлемости результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовых долей сухого вещества и жира в продуктах сыроделия, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$| A_1 - A_2 | \le r, \quad (20)$$

где A_1, A_2 — значения двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости при $P = 0,95$, %.

Если условие (20) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2).

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

9.2 Проверка приемлемости результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (два параллельных определения, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняются условия

$$| A_1' - A_2' | \le R, \quad (21)$$

где A_1', A_2' — значения двух определений, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости при P = 0,95, %.

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение, в котором проводятся работы, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Работы с растворителями, кислотами необходимо проводить в вытяжном шкафу. Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

10.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе на приборах и инструктаж по технике безопасности.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 005/2011«О безопасности упаковки»

[2] Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 022/2011«Пищевая продукция в части ее маркировки»

[3] СанПиН 2.1.4.1074—2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

УДК 637.3.07.(08):006.354 ОКС 67.100.20 Н19 ОКСТУ 9207 9209

Ключевые слова: масло из коровьего молока, сливочное масло, топленое масло, молочный жир, масляная паста, сливочное масло с вкусовыми компонентами, стерилизованное сливочное масло, жировая фаза, молочная плазма, правила приемки, партия, контроль качества, отбор проб, температура и масса продукта, массовая доля влаги, массовая доля сухого обезжиренного вещества, массовая доля жира, массовая доля хлористого натрия, массовая доля сахарозы, титруемая кислотность, энергетическая ценность, обработка результатов, предел повторяемости, предел воспроизводимости, оформление результатов испытаний, контроль точности результатов испытаний, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 29.05.2014. Подписано в печать 24.07.2014. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 5,12. Уч.-изд. л. 4,60. Тираж 138 экз. Зак. 2745.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

ИПК 2012