



НАЦІОНАЛЬНІ СТАНДАРТИ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

ДСТУ ISO 707:2002; ДСТУ ISO 1211:2002;
ДСТУ ISO 1737:2002; ДСТУ ISO 7208:2002

Видання офіційне

БЗ № 6–2002/310, 311, 312, 318

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004



ДСТУ ISO 707:2002; ДСТУ ISO 1211:2002;
ДСТУ ISO 1737:2002; ДСТУ ISO 7208:2002

НАЦІОНАЛЬНІ СТАНДАРТИ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ЗМІСТ

С.

ДСТУ ISO 707:2002 Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб	11
ДСТУ ISO 1211:2002 Молоко. Гравіметричний метод визначання вмісту жиру. (Контрольний метод)	45
ДСТУ ISO 1737:2002 Молоко згущене без цукру та молоко згущене з цукром. Гравіметричний метод визначання вмісту жиру. (Контрольний метод)	61
ДСТУ ISO 7208:2002 Молоко знежирене, сироватка та маслянка. Гравіметричний метод визначання вмісту жиру. (Контрольний метод)	79



ДСТУ ISO 707:2002

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

Настанови з відбирання проб
(ISO 707:1997, IDT)

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Г. Єресько**, д-р техн. наук; **М. Яцюта**, канд. техн. наук; **М. Міщенко**; **О. Козаченко**; **С. Вербицький**; **П. Лопата**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держстандарту України від 18 вересня 2002 р. № 513 з 2003–10–01

3 Стандарт відповідає ISO 707:1997 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його документ повністю чи частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	V
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	1
4 Загальні положення	2
4.1 Персонал з відбирання проб	2
4.2 Пломбування та маркування проб	2
4.3 Паралельні проби	2
4.4 Готування протоколу з відбирання проб	2
5 Апаратура	2
5.1 Обладнання для відбирання проб	2
5.2 Контейнери для проб	3
6 Методика відбирання проб	4
7 Консервування проб	4
8 Зберігання та транспортування проб	4
9 Молоко та рідкі молочні продукти	5
9.1 Застосування	5
9.2 Апаратура	5
9.3 Відбирання проб	6
9.4 Консервування, зберігання і відправлення проб	8
10 Концентроване молоко, згущене молоко з цукром і молочні концентрати	8
10.1 Застосування	8
10.2 Обладнання з відбирання проб	8
10.3 Відбирання проб концентрованого молока	8
10.4 Відбирання проб згущеного молока з цукром і молочних концентратів	9
10.5 Консервування, зберігання і відправлення проб	10
11 Густі та напівгусті молочні продукти	10
11.1 Застосування	10
11.2 Обладнання з відбирання проб	10
11.3 Відбирання проб	10
11.4 Консервування, зберігання і відправлення проб	11

12	Морозиво, напівфабрикати (напівготове) морозива та інші заморожені молочні продукти	11
12.1	Застосування	11
12.2	Обладнання з відбирання проб	11
12.3	Відбирання проб	11
12.4	Консервування, зберігання і відправлення проб	12
13	Сухе молоко та сухі молочні продукти	12
13.1	Застосування	12
13.2	Обладнання для відбирання проб	12
13.3	Відбирання проб	12
13.4	Консервування, зберігання і відправлення проб	13
14	Вершкове масло та подібні до нього продукти	13
14.1	Застосування	13
14.2	Обладнання для відбирання проб	13
14.3	Відбирання проб	13
14.4	Консервування, зберігання і відправлення проб	14
15	Молочний жир (топлене масло) та аналогічні продукти	14
15.1	Застосування	14
15.2	Обладнання для відбирання проб	14
15.3	Відбирання проб	14
15.4	Консервування, зберігання і відправлення проб	15
16	Сир	15
16.1	Застосування	15
16.2	Обладнання і реактиви для відбирання проб	15
16.3	Відбирання проб	15
16.4	Консервування, зберігання і відправлення проб	17
	Додаток А Обладнання для відбирання проб та форми проб	17
	Додаток В Термічно ізольований контейнер для транспортування охолоджених, заморожених і швидкозаморожених харчових проб	26
	Додаток С Додаткова інформація щодо використання ізольованих транспортних контейнерів	28
	Додаток D Бібліографія	29

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 707:1997 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, є ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт містить настанови щодо методів відбирання проб молока та молочних продуктів для мікробіологічних, хімічних, фізичних і органолептичних аналізувань.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— змінено назву стандарту;

— слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» та до розділу «Бібліографія» подано «Національні пояснення» щодо перекладу назв стандартів українською мовою, які в тексті стандарту виділено рамкою;

— одиниці фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI).

З наданням чинності ДСТУ ISO 707:2002 в Україні доцільно паралельно застосовувати і ГОСТ 26809–86 «Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу», як такі що доповнюють один одного.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

Настанови з відбирання проб

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Руководство по отбору проб

MILK AND MILK PRODUCTS

Guidance on sampling

Чинний від 2003–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт містить настанови щодо методів відбирання проб молока та молочних продуктів для мікробіологічних, хімічних, фізичних і органолептичних аналізів, окрім відбирання проб молока від окремих тварин, яке було отримане в індивідуальних господарствах, і особливих випадків відбирання проб молока, якщо якість молока визначають для розрахунку його вартості [1]. Його не застосовують для визначення кількості одиниць, відібраних з партії, так само як і наступних операцій у лабораторії.

Примітка. Кількість одиниць проб, які відбирають, під час контролювання за характерними ознаками можна визначати згідно з ISO 5538 [2]. Відбирання проб під час контролювання за перемінними можна визначати згідно з ISO 8197 [3].

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі нормативні документи:

ISO 78-2:-¹⁾ Chemistry — Layouts for standards — Part 2: Methods of chemical analysis

ISO 7002:1986 Agricultural food products — Layout for a standard of method of sampling from a lot

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 78-2: Хімія. Типові стандарти. Частина 2. Методи хімічного аналізу

ISO 7002:1986 Сільськогосподарські харчові продукти. Типовий стандартний метод відбирання проб з партії.

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті застосовують визначення згідно з ISO 7002, а також таке визначення.

3.1 лабораторна проба (*laboratory sample*)

Проба, яка підготовлена для лабораторного контролювання та аналізування.

¹⁾ Буде опубліковано. (Зміна ISO 78-2:1982)

4 ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Ці положення не є обов'язкові для звичного відбирання проб.

Зацікавленим сторонам або їх представникам треба надавати можливість бути присутніми під час відбирання проб.

Якщо не існує спеціальних вимог до відбирання проб і (або) такі спеціальні вимоги спричиняють до необхідності проведення спеціальних аналізів, слід керуватися вимогами, перерахованими нижче.

4.1 Персонал з відбирання проб

Відбирання проб повинна проводити уповноважена особа, підготовлена до застосування відповідної методики. Ця особа не повинна хворіти будь-яким інфекційним захворюванням. Відбирання проб для мікробіологічних досліджень повинна завжди проводити особа, що має досвід у застосуванні методики відбирання проб для мікробіологічних досліджень.

4.2 Пломбування та маркування проб

Проби повинні бути опломбовані (якщо це встановлено законодавством або угодою зацікавлених сторін) і забезпечені етикетками, на яких указують загальні характеристики продукту, назву продукту, або принаймні, ідентифікаційний номер, прізвище і підпис (або ініціали) особи, яка відповідає за відбирання проб. За необхідності, може бути долучена додаткова інформація про мету відбирання проб, масу або об'єм проби, одиниці, від якої цю пробу відбирали і стан продукту, а також умови його зберігання на момент відбирання проби.

4.3 Паралельні проби

Слід відбирати паралельні проби, а якщо того вимагає законодавство або угода між зацікавленими сторонами, і більшу кількість проб.

Якщо існує домовленість між зацікавленими сторонами, рекомендовано відбирати і зберігати додаткові проби на випадок проведення арбітражу.

4.4 Готування протоколу з відбирання проб

До проб треба додавати протокол з підписом або ініціалами особи, яка уповноважена відбирати проби²⁾, а також, якщо це необхідно, або така домовленість зацікавлених сторін, і присутніми свідками. Протокол повинен містити інформацію з таких пунктів:

- a) місце, дата і час відбирання проби (потрібно указувати час, якщо є така домовленість зацікавлених сторін);
- b) прізвища і короткі зведення про персонал з відбирання проб, а також про кожного свідка;
- c) точний метод відбирання проби, якщо він відрізняється від запропонованого цим стандартом;
- d) вид і кількість одиниць, що визначають весь продукт, якщо це можливо, з кодовим маркуванням партії;
- e) ідентифікаційний номер і всі кодові позначення партії, з якої проби відібрані;
- f) кількість проб, відібраних з кожної партії;
- g) у разі потреби, місце, куди треба надіслати проби;
- h) за можливості, прізвище і адресу виробника або трейдера, або особи, відповідальної за пакування продукту.

У відповідних випадках, протокол повинен містити зведення про будь-які умови, що мали місце, і обставини (наприклад, про стан тари і пакувального покриття, температуру і вологість повітря, час, який пройшов від моменту виготовлення продукту, метод стерилізування обладнання з відбирання проб, про те, чи додавався до проб консервант), та будь-яку іншу спеціальну інформацію про продукт, пробу якого відбирають, наприклад, труднощі в досягненні однорідності продукту.

5 АПАРАТУРА

5.1 Обладнання для відбирання проб

5.1.1 Загальні положення

Обладнання з відбирання проб повинне бути виготовлене з нержавіючої сталі або іншого придатного матеріалу відповідної міцності, який не буде викликати змін у пробі, які зможуть вплинути на результати дослідження. Усі поверхні повинні бути гладкі і вільні від тріщин. Усі кути повинні бути закруглені. Перед використанням обладнання повинне бути сухим.

²⁾ У деяких країнах відбирають проби особами, які прийняли присягу.

5.1.2 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

Обладнання для відбирання проб перед використанням повинне бути попередньо висушене і простерилізоване. Пластмасове обладнання, яке використовують, повинне бути стерильним. Якщо під час виготовлення обладнання був використаний припій, він повинен витримувати температуру до 180 °С. За можливості, стерилізування треба проводити одним із двох методів:

Метод А. Витримування в гарячому повітрі за температури від 170 до 175 °С протягом не менше ніж 2 год;

Метод В. Витримування на пару за температури (121 ± 1) °С протягом не менше ніж 20 хв в автоклаві.

Після стерилізування за методом А або В обладнання треба до наступного використання зберігати в стерильних умовах.

Якщо, у конкретній ситуації, стерилізування за методом А або В неможливе, можна використовувати наступні альтернативні методи, що є допоміжними і припустимими лише у випадку негайного використання обладнання після стерилізування:

Метод С. Витримування в полум'ї, яке б контактувало з усіма робочими поверхнями обладнання;

Метод D. Занурювання в розчин етанолу не менше ніж 70 % (за об'ємом);

Метод Е. Випалювання розчином етанолу 96 % (за об'ємом).

УВАГА! 96 % етанол гігроскопічний і з часом може змінювати свою концентрацію;

Метод F. Експозиція за значної дози γ -радіації.

Після стерилізування за методом С, D або Е, обладнання з відбирання проб повинне бути охолоджене за стерильних умов, або у випадку використання методу D, перед відбиранням проби змочують розчином етанолу.

5.1.3 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування та органолептичного досліджування

Обладнання з відбирання проб повинне бути чистим і сухим та не повинне впливати на такі властивості продукту, як запах, смак або консистенцію. У деяких випадках потрібно стерильне обладнання, щоб уникнути мікробіального обсіменіння продукту.

5.2 Контейнери для проб

Конструкція контейнерів для проб і їх накривки, а також матеріали, з яких вони виготовлені, повинні забезпечувати належний захист проби і не викликати в ній жодної зміни, яка б могла вплинути на результати наступних аналізувань і досліджувань. Застосовними вважають такі матеріали як скло, деякі метали (наприклад, нержавіюча сталь) і деякі пластики (наприклад, поліпропілен). Бажано, щоб контейнери не були прозорі. У разі потреби, заповнений прозорий контейнер слід зберігати в темному місці. Контейнери і накривки повинні бути сухі, чисті і стерильні, або придатні до стерилізування за одним з методів, описаних у 5.1.2.

Форму і місткість контейнерів слід вибирати виходячи з специфічних вимог до продукту, пробу якого відбирають. Можна також використовувати одноразові пластмасові контейнери, алюмінієву фольгу відповідної міцності (стерильні і нестерильні), також можуть бути використані пластикові мішки, які належним чином запечатують.

Контейнери, окрім пластикових мішків, повинні бути надійно закриті відповідною пробкою або гвинтовою накривкою з металу або пластмаси за наявності, а у разі потреби, з гідроізолювальною прокладкою, яка не розчиняється, не абсорбує і жиростійка, і яка не впливає на склад, властивості, запах або смак проби.

У разі використання пробок, вони повинні бути виготовлені з матеріалів, які не абсорбують запаху і смаку, або покриті таким матеріалом.

Контейнери для відбирання проб для мікробіологічних досліджувань не треба закривати корками або накривками з корковими прокладками, навіть за їх наявності. Контейнери для твердих, напівтвердих і в'язких продуктів повинні мати широку горловину.

Під час використання роздрібних контейнерів, їх розглядають як контейнери з пробами; проба повинна складатися з вмісту одного або більше неушкоджених закритих контейнерів.

Вимоги до ізольованих контейнерів для транспортування охолоджених, заморожених або швидкозаморожених проб наведені в додатку В.

6 МЕТОДИКА ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб треба виконувати таким чином, щоб проби цілком характеризували продукт. Якщо проби для мікробіологічних, хімічних і фізичних аналізів і органолептичних досліджень відбирають окремо, то проби для мікробіологічних досліджень слід відбирати в першу чергу, в асептичних умовах, використовуючи стерильне обладнання і контейнери (див. 5.1.2).

Важливо, щоб під час відбирання проб для органолептичних досліджень, на смак проб негативно не впливало стерилізування обладнання та арматури для відбирання проб, наприклад, випалювання етанолом.

Точний метод відбирання проби, а також маса або об'єм продукту, з якого її відбирають, залежать від виду продукту і від того, для чого будуть потрібні проби. Детально ці вимоги викладені в розділах 9—16. Якщо продукт містить крупні часточки, може виявитися необхідним збільшити мінімальний розмір проби. Контейнер з пробю негайно закривають після її відбирання.

Для дрібної споживчої тари проба являє собою вміст однієї або декількох закритих паковань.

У разі необхідності, для контролювання температури під час транспортування в дослідну лабораторію, слід відібрати додаткову пробу.

7 КОНСЕРВУВАННЯ ПРОБ

У проби, призначені для мікробіологічних і органолептичних досліджень, консерванти, як правило не вносять.

Консерванти можна вносити в деякі молочні продукти у випадку, якщо:

- а) цього вимагає інструкція, розроблена дослідною лабораторією;
- б) консервант, за своєю природою, не впливає на подальші аналізування, а досліджування консистенції і смаку не проводять;
- с) вид і кількість консерванту зазначені в протоколі і, бажано, на етикетці.

8 ЗБЕРІГАННЯ ТА ТРАНСПОРТУВАННЯ ПРОБ

Зберігати та транспортувати проби треба таким чином, щоб проби у тому стані, у якому вони знаходилися в момент відбирання, не піддавалися впливу негативних факторів протягом будь-якого значного часу. Під час транспортування, необхідно вживати застережні заходи, щоб унеможливити впливання сторонніх запахів, прямого сонячного світла та інших шкідливих умов.

За необхідності охолодження, мінімальними є вимоги до діапазону температури, визначені законом або установлені виробником. Після відбирання проби її якнайшвидше доводять до температури зберігання. Час і температуру треба розглядати у взаємозв'язку, а не окремо. Температури зберігання наведені в таблиці 1.

Таблиця 1 — Консервування проб, температура зберігання і мінімальний обсяг проб

Відбирання відповідно до розділу	Продукт	Дозволено використання консерванту для проб, призначених для хімічного і фізичного аналізування	Температура ¹⁾ до і під час транспортування, (°C)	Мінімальний обсяг проби ²⁾
9	Молоко нестерилізоване і молоко рідке	так	від 0 до 4	100 см ³ або г
9	Молоко стерилізоване, молоко, піддане надвисокотемпературному обробленню і стерилізовані молочні продукти в закритій тарі	ні	кімнатна, макс. 30	100 см ³ або г
9	Стерилізоване молоко, молоко, піддане надвисокотемпературному обробленню і стерилізовані молочні продукти після відбирання проб з виробничих ліній або з одного, або більше оригінального пакування	так	від 0 до 4	100 см ³ або г

Закінчення таблиці 1

Відбирання відповідно до розділу	Продукт	Дозволено використання консерванту для проб, призначених для хімічного і фізичного аналізування	Температура ¹⁾ до і під час транспортування, (°C)	Мінімальний обсяг проби ²⁾
10	Концентроване молоко, згущене молоко з цукром і молочні концентрати	ні	кімнатна, макс. 30	100 г
11	Густі та напівгусті молочні продукти	ні	від 0 до 4	100 г
12	Морозиво і напівфабрикати заморожені	ні	мінус 18 і нижче	100 г
13	Сухе молоко і сухі молочні продукти	ні	кімнатна, макс. 30	100 г
14	Масло і вершкові продукти	ні	від 0 до 4 (у темному місці)	50 г
15	Молочний жир (топлене масло та аналогічні продукти)	ні	від 0 до 4 (у темному місці)	50 г
16	Свіжий сир	ні	від 0 до 8	100 г
16	Плавлений сир		кімнатна, макс. 30	100 г
16	Інші сири		від 4 до 8	100 г

¹⁾ Значення температури, вказані в таблиці, приведено для загального керування. Для проведення окремих аналізів можуть виявитися більш прийнятними інші значення температури. Можливо, що досягти «ідеальної» або бажаної температури, зазначеної в цій таблиці, не завжди легко або навіть неможливо. Тому рекомендовано у всіх випадках, коли це необхідно, використовувати відповідні контейнери (див. також додаток В), а також контролювати і фіксувати значення температури будь-яким з доступних способів.

²⁾ Залежно від характеру дослідів і типу продукту, може знадобитися проба більшої величини.

Проби повинні бути відправлені в дослідну лабораторію негайно після відбирання. Час відправлення проб у дослідну лабораторію повинен бути як можна коротший, але не більше 24 год. Якщо потрібно, то проби можна відправляти в дослідну лабораторію відповідно до її вказівок.

9 МОЛОКО ТА РІДКІ МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

9.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до молока сирого та термічно обробленого (окрім сирого молока від окремих тварин і сирого молока, відібраного у рамках системи визначання якості молока для його вартісного оцінення), незбираного, частково знежиреного і знежиреного молока, молока з смаковими добавками, вершків, ферментованого молока, маслянки, рідкої молочної сироватки і подібних до них продуктів.

9.2 Апаратура

Обладнання з відбирання проб повинне відповідати вимогам розділу 5.

9.2.1 Апаратура для ручного перемішування

Мішалки повинні мати достатню поверхню для відповідного перемішування рідких продуктів. Враховуючи різні форми і розміри тари, ні одну з окремих конструкцій мішалок не можна рекомендувати для використання у всіх випадках, однак вони повинні бути сконструйовані таким чином, щоб унеможливити ушкодження внутрішньої поверхні тари під час перемішування.

9.2.1.1 Апаратура для ручного перемішування в малих посудинах

Для перемішування рідин у малих посудинах (наприклад, у відрах і бідонах) підійде мішалка (колотівка), конструкція і розміри якої наведені на рисунку А.1. Довжину уточнюють виходячи з глибини посудини.

9.2.1.2 Апаратура для ручного перемішування у великих посудинах

Мішалка (колотівка), конструкція і розміри якої наведені на рисунку А.2 підійде для перемішування рідин у великих посудинах (наприклад, у цистернах, які використовують на фермах і під час транспортування).

9.2.2 Апаратура для механічного перемішування

9.2.2.1 Вбудовані мішалки

Для продукту, який підлягає перемішуванню, визначають технічні характеристики і конструкцію вбудованих мішалок.

Дозволено використовувати різні типи мішалок, однак у цьому стандарті їх не описано.

9.2.2.2 Мішалки, які знімаються

Мішалки, які знімаються, зазвичай забезпечують гвинтом і вводять в транспортні, автомобільні і залізничні цистерни через люк.

Найкраще проводити перемішування на глибині, що відповідає 0,7 від висоти рівня наповнення. Рекомендовано нахилити мішалку на кут від 5 до 20°, завдяки чому можливо як вертикальне, так і горизонтальне перемішування.

9.2.3 Апаратура для відбирання та зберігання проб

9.2.3.1 Апаратура для відбирання проб

Ківш, форма і розміри якого наведені на рисунку А.3, можна використовувати під час відбирання проб. Конічна форма чаші дозволяє вставляти ковші один в один.

9.2.3.2 Контейнери для проб

Місткість контейнерів для проб повинна бути така, щоб вона майже цілком заповнювалася пробою і допускала ефективне перемішування вмісту перед досліджуваннями, не допускаючи збивання під час транспортування.

9.2.3.3 Термічно ізольована транспортна тара

Див. додаток В.

9.3 Відбирання проб

Ретельно змішують всі рідини, перевертаючи, перемішуючи, переливаючи туди і назад вміст одного контейнера для продукту в іншій такого самого об'єму до досягнення істотної однорідності. Можна використовувати обладнання, описане в пунктах 9.2.1 і 9.2.2.

Проби відбирають негайно після перемішування. Кількість проби повинна бути не менше ніж 100 см³.

9.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного дослідження

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного дослідження і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічних і фізичних аналізів, та для органолептичних досліджень.

Обладнання з відбирання проб і посуд для проб повинні бути простерилізовані відповідно до 5.1.2. Далі виконують як зазначено у 9.3.2 в асептичних умовах.

9.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного дослідження

У визначених випадках обладнання з відбирання проб та контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування та органолептичного дослідження повинні бути стерильні.

9.3.2.1 Малі посудини, молочні відра і фляги

Молоко ретельно розмішують, наприклад, переливанням або перемішуванням з використанням колотівки.

9.3.2.2 Молочні цистерни і баки

Молоко перемішують механічно протягом, щонайменше, 5 хв до досягнення достатньої однорідності. Якщо цистерна забезпечена програмованою за часом системою перемішування періодичної дії, відбирання проб можна проводити після закінчення більш короткого часу перемішування (від 1 до 2 хв).

Не можна використовувати мішалку, якщо гвинт мішалки знаходиться близько до поверхні молока, тому що це може призвести до утворення піни.

9.3.2.3 Посудина для зважування

Важливо, щоб одержати повноцінну пробу, молоко в посудині для зважування добре перемішати. Досягнутий ступінь перемішування перед тим, як молоко потрапило в посудину для зважування, різний і не дозволяє відбирати проби належним чином. Важливо піддати молоко додатковому перемішуванню. Тривалість додаткового перемішування слід визначати експериментальним шляхом. Коли об'єм молока, який потрібно відібрати як пробу, перевершує об'єм посудини для зважування, необхідно одержати пробу, яка б повноцінно представляла всю партію.

9.3.2.4 Великі посудини, цистерни для зберігання, автомобільних і залізничних перевезень

У кожному випадку перед відбиранням проби, ретельно перемішують молоко відповідним методом, наприклад, за допомогою механічного перемішування, перемішуванням за допомогою чистого стислого повітря без піноутворення або з використанням колотівки. Під час використання стисненого повітря слід унеможливити шкідливе впливання його на продукт, який перемішують.

Тривалість перемішування залежить від часу, протягом якого молоко знаходилося у спокої.

Не можна використовувати мішалку, якщо гвинт мішалки знаходиться близько до поверхні молока, тому що це може призвести до утворення піни.

Перемішування за допомогою колотівки або мішалки, яка знімається в автомобільних і залізничних цистернах або у посудинах подібного розміру треба проводити у такий спосіб:

а) якщо проби відбирають протягом 30 хв після наповнення контейнера, перемішують молоко протягом принаймні 5 хв з використанням колотівки або мішалки; якщо молоко зберігали в цистерні протягом більш тривалого часу, слід збільшити час перемішування, принаймні, до 15 хв;

б) якщо цистерна повністю заповнена, як це звичайно буває з транспортними, автомобільними і залізничними цистернами, належним чином перемішати молоко з вираженою схильністю до утворення вершків можна тільки механічним перемішуванням.

У великій посудині зі зливним патрубком у днищі або краном для відбирання проб, установленим в іншому місці, може виявитися, що в патрубок знаходиться невелика кількість молока, яка навіть після перемішування не представляє усього вмісту. Тому, переважно відбирають проби через люк. Під час відбирання проб через клапан зливного патрубка або через кран для відбирання проб, необхідно злити додаткову кількість молока, щоб переконатися в тому, що проби представляють увесь вміст.

Ефективність методу перемішування, застосованого у кожному випадку, повинна відповідати характеру запланованих аналізувань; критерієм ефективності перемішування є збіжність результатів аналізувань, отриманих для проб, відібраних у різних місцях, або під час зливання через патрубок у різні моменти часу.

9.3.2.5 Контейнери різної конструкції

Для відбирання проб із плоскої тари буде потрібно спеціальне обладнання.

9.3.2.6 Розділені кількості

Якщо частину із загального об'єму не треба випробувати окремо, відбирають представницький об'єм з кожного контейнера після перемішування його вмісту і фіксують цей об'єм і контейнер у протоколі відбирання проб, як зазначено в 4.4.

Змішують порції об'ємів, представлених пропорційно об'ємам контейнерів, з яких вони були відібрані. Проби відбирають з цієї об'єднаної проби після перемішування.

9.3.2.7 Відбирання проб із закритих систем

Для відбирання проб з таких систем (наприклад, обладнання надвисокого температурного оброблення, асептичної техніки), зокрема, для мікробіологічного аналізування, слід дотримуватися робочих інструкцій до встановленого обладнання з відбирання проб.

9.3.2.8 Роздрібні контейнери

Вміст неушкодженого і невідкритого пакування являє собою пробу.

9.3.3 Застосування для інших, окрім молока, продуктів

9.3.3.1 Маслянка, ферментоване молоко і молоко із смаковими наповнювачами

Вибирають придатний метод з описаних для молока і відбирають пробу до того, як жир або інша тверда речовина встигла відокремитися. Якщо це відбулося, відбирають представницьку пробу з гомогенного продукту, як це описано в 9.3.1.

9.3.3.2 Вершки

Колотівкою або механічною мішалкою для перемішування вершків, ретельно перемішують вершки з дна контейнера із верхніми шарами.

Щоб уникнути піноутворення, збивання або маслоутворення, не піднімають диск колотівки над поверхнею вершків між зануреннями. Можна використовувати обладнання, описане в 9.2.1 (див. рисунки А.1 і А.2). За використання механічних мішалок слід уникати домішування повітря.

9.3.3.3 Молочна сироватка

Вибирають придатний метод з описаних для молока.

9.4 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

10 КОНЦЕТРОВАНЕ МОЛОКО, ЗГУЩЕНЕ МОЛОКО З ЦУКРОМ І МОЛОЧНІ КОНЦЕНТРАТИ

10.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до концентрованого молока, згущеного молока з цукром та молочних концентратів, а також подібних до них продуктів.

10.2 Обладнання з відбирання проб (див. 5.1)

10.2.1 Змішувачі (див. 9.2.1 і 9.2.2).

10.2.2 Мішалки, лопаті яких повинні бути широкі і їх довжина повинна бути достатня, щоб досягати дна контейнера, а одна з кромки повинна повторювати контур контейнера (див. рисунок А.4).

10.2.3 Ковші (див. 9.2.3).

10.2.4 Щупи довжиною приблизно 1 м, діаметром приблизно 35 мм.

10.2.5 Контейнери для відбирання вторинних проб, місткістю 5 дм³, із широкою горловиною.

10.2.6 Ложки або широкий шпатель

10.2.7 Контейнери для проб (див. 5.2).

Місткість контейнерів для проб повинна бути така, щоб вони були майже цілком заповнені пробою і дозволяли перемішувати вміст перед досліджуваннями.

10.3 Відбирання проб концентрованого молока

Пробу негайно відбирають після перемішування. Маса проби повинна бути не менше ніж 100 г.

10.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування. Обладнання з відбирання проб і посуд для проб повинні бути простерилізовані відповідно до 5.1.2.

Далі виконують як зазначено у 10.3.2 в асептичних умовах.

10.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування

У визначених випадках, обладнання для відбирання проб і контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичних досліджувань повинні бути стерильні.

10.3.2.1 Великі посудини (наприклад, 2 і 4 кг)

Концентроване молоко ретельно перемішують колотівкою, ручною мішалкою, застосовуючи механічне перемішування або переливаючи туди і назад вміст одного контейнера в інший до досягнення достатньої однорідності.

Однак, у більшості випадків, достатнього розподілу жиру досягають тільки після того, як посудини з продуктом нагрівають в теплій воді за температури приблизно 45 °С протягом 30 хв перед перемішуванням. Якщо виявляється, що важко досягти істотної однорідності, відбирають проби з різних частин посудини з продуктом, щоб одержати представницьку загальну пробу масою не менше ніж 100 г. Якщо проба являє собою суміш допоміжних проб, це повинно бути зазначено на етикетці та у протоколі відбирання проб (див. 4.4).

10.3.2.2 Великі посудини (контейнери) місткістю 500 кг і більше, а також автоцистерни

Перемішування виконують таким само способом, як це описано для молока (9.3.2.4). Інтенсивність перемішування залежить від ступеня концентрації.

10.3.2.3 Роздрібні контейнери

Вміст невідкритого пакування являє собою пробу. Відбирають одне або більше пакувань, щоб забезпечити величину проби не менше ніж 100 г.

Якщо проби відбирають із споживчої тари, то пакування попередньо нагрівають, як це описано в 10.3.2.1.

10.4 Відбирання проб згущеного молока з цукром і молочних концентратів

Пробу відбирають негайно після перемішування. Маса проби повинна бути не менше ніж 100 г.

10.4.1 Загальні положення

Відбирання проб з великих посудин може виявитися надзвичайно складним, особливо коли продукт неоднорідний і відрізняється високою в'язкістю.

Проблеми з відбиранням проб можуть виникнути через присутність кристалів сахарози або лактози, через випадання різних солей, що може відбутися у будь-якому місці продукту, а також через присутність грудок. Такі умови стануть очевидними, якщо ввести щуп для відбирання проб у посудину з продуктом (див. 10.2.4) і витягти після перемішування його по всьому продукту. Якщо кристали цукру не більше ніж 6 мкм, труднощів виникнути не повинно. Тому що згущене молоко з цукром найчастіше зберігають за зовнішньої температури, рекомендовано довести температуру вмісту великої посудини до $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Щоб відібрати представницькі проби під час зберігання кристалізованих концентратів у цистернах, треба щоб цистерни мали особливу конструкцію і були забезпечені механічними мішалками.

Якщо продукт не однорідний і, особливо, коли кристали розподілені нерівномірно, цей факт фіксують у протоколі відбирання проб. Проби відбирають негайно після перемішування.

10.4.2 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Обладнання з відбирання проб стерилізують, як це описано в 5.1.2.

10.4.2.1 Великі посудини

Зовнішню частину продуктової посудини або циліндричного контейнера ретельно очищують, стерилізують і промивають холодною стерильною водою, якщо в їх конструкції передбачений відкритий кінець із накривкою (отвір із пробкою), перед відкриванням посудини або зняттям накривки (пробки). Для стерилізування поверхню можна обпалювати полум'ям або спиртом декілька разів, якщо це необхідно (див. 5.1.2).

Далі діють в порядку, як зазначено в 10.4.1, в асептичних умовах.

У випадку концентрованого молока в рідкому стані і з однорідною консистенцією, обертають циліндричний контейнер з пробами. Пробу відбирають під час витікання продукту. Отвори, що закривають гвинтовими накривками, важко продезинфікувати, тому необхідно в таких випадках проявляти особливу обережність. Якщо продукт стає грузлим, знімають поверхневий шар на глибину від 2 до 3 см стерильною ложкою і відбирають пробу із циліндричного контейнера.

Якщо відбирають поверхневі проби, то відбирання проб треба проводити згідно спеціальних інструкцій, виходячи з конкретної необхідності.

Тип великої посудини вказують в протоколі відбирання проб (див. 4.4).

10.4.3 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування

У визначених випадках, обладнання з відбирання проб і контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування повинні бути стерильні.

10.4.3.1 Посудини з днищем, що відкривається, (циліндричні контейнери з накривкою)

Ретельно очищують і висушують днище посудини перед відкриванням, щоб запобігти попаданню сторонніх предметів у посудину під час процесу відкривання. Розмішують вміст мішалкою (див. рисунок А.4). Прочищають лопаттю мішалки бічні поверхні і днище посудини, щоб звільнити продукт, який прилип.

Ретельно розмішують вміст, чергуючи обертальні і вертикальні рухи, нахиливши мішалку діагонально, намагаючись уникнути попадання повітря в пробу. Мішалку виймають і перемішують продукт, що прилип до неї, у контейнер (на 5 літрів) шпателем або ложкою. Продовжують розмішувати і витягати мішалку, поки не збереться від 2 до 3 літрів. Вміст перемішують до однорідності і відбирають пробу.

10.4.3.2 Закриті посудини (циліндричні контейнери) з випускними отворами (пробками) на днищі або на одній із сторін

Згідно з 10.4.1, відбирання проб через випускний отвір (отвір для пробки) можливо тільки у випадку концентрованого молока в рідкому стані і з однорідною консистенцією. Вміст перемішують, вставивши шуп через отвір для пробки, мішають і перемішують, бажано, у всіх напрямках.

Шуп виймають і далі діють, як зазначено в 10.4.3.1 (відбирання проб за допомогою мішалки).

10.4.3.3 Великі посудини місткістю 500 дм³ з люком

Порядок такий само, як для молока (див. 9.3.2.5).

10.4.3.4 Роздрібні контейнери

Вміст неушкодженого, невідкритого пакування є пробою. Відбирають одне або більше пакувань, щоб забезпечити загальну масу проби не менше ніж 100 г.

10.5 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

11 ГУСТІ ТА НАПІВГУСТІ МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

11.1 Застосування

Настанови, цього розділу, застосовують до пудингів, десертів та молочних продуктів, ферментованих або неферментованих, напівгустого, густого або збитого типу, з додаванням або без додавання стабілізаторів, згущувачів, фруктів, горіхів або інших інгредієнтів, так само як і інших продуктів, загальною рисою яких є їх напівгуста або густа структура.

11.2 Обладнання з відбирання проб (див. 5.1)

11.2.1 Апаратура для перемішування (див. 9.2.1)

11.2.2 Апаратура для відбирання проб (див. 9.2.3.1)

11.2.3 Контейнери для проб (див. 5.2)

Місткості контейнерів для проб повинні бути майже цілком заповненими пробами і дозволяти перемішувати вміст перед дослідженнями.

11.3 Відбирання проб

Відбирання проб цих різнорідних продуктів може виявитися надзвичайно складним, особливо, коли продукт дуже грузлий, або він містить інгредієнти, що можуть призвести до значної неоднорідності продукту. Отже, перемішування треба проводити виходячи з особливих властивостей продукту. За можливості, перевагу надають використуванню набору невеликих контейнерів. В особливих випадках настанови, які наведені в 11.3.2.1 і 11.3.2.2, повинні бути уточнені, виходячи з властивостей продукту.

Проби відбирають негайно після перемішування. Маса проб повинна бути не менше ніж 100 г.

11.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Обладнання для відбирання проб і контейнери для проб стерилізують, як зазначено в 5.1.2.

Далі діють, як зазначено в 11.3.2, в асептичних умовах.

11.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування

У визначених випадках, обладнання для відбирання проб і контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного дослідження повинні бути стерильні. Тип продукту і наступні дослідження є вирішальними факторами під час вибору застосовного методу відбирання проб.

11.3.2.1 Контейнери або цистерни

Продукт перемішують колотівкою або використовуючи механічну мішалку до досягнення достатньої однорідності. Акуратно перемішують, щоб уникнути піноутворення, збивання, відділення сироватки або руйнування твердих інгредієнтів (див. 9.2.1).

Якщо виявляється важко досягти істотної однорідності, відбирають проби з різних частин контейнера з продуктом, щоб одержати представницьку загальну пробу масою не менше ніж 100 г. Якщо проба складається з окремих відбирань, це повинно бути зазначено на етикетці та у протоколі відбирання проб (див. 4.4).

11.3.2.2 Роздрібні контейнери

Вміст неушкодженого, невідкритого пакування є пробою. Відбирають одне або більше пакувань, щоб забезпечити величину проби не менше ніж 100 г. Великі посудини, з яких відбирають проби для продажу або споживання, слід розглядати в цілому.

11.4 Консервування, зберігання і відправлення проб (див. розділи 7 і 8)

Під час перевезення слід вживати заходів, щоб проби не піддавалися дії вібрації.

12 МОРОЗИВО, НАПІВФАБРИКАТИ (НАПІВГОТОВЕ) МОРОЗИВА ТА ІНШІ ЗАМОРОЖЕНІ МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

12.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до морозива, напівфабрикатів з морозива та інших заморожених продуктів.

12.2 Обладнання з відбирання проб (див. 5.1)

12.2.1 Бури, довжина яких дозволяє досягти дна продуктового контейнера.

12.2.2 Ложка, ніж або шпатель, або ложечка для морозива

12.2.3 Контейнери для проб (див. 5.2)

Контейнери з пробами повинні розміщатися у відповідному термічно ізольованому контейнері (див. 9.2.3.3), що був належним чином охолоджений (наприклад, твердою вуглекислотою) протягом не менше ніж 30 хв перед використанням.

12.3 Відбирання проб

Відбирання проб з тари, призначеної для наступного відбирання з неї проб, краще проводити за температури продукту від мінус 12 до мінус 18 °С. Якщо продукт, за своєю консистенцією, занадто твердий для відбирання проб, уся місткість являє собою пробу.

Маса проби повинна бути не менше ніж 100 г.

12.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування. Стерилізують обладнання для відбирання проб і контейнери для проб, як це зазначено в 5.1.2.

Стерильними ложкою, ножом або шпателем (12.2.2) знімають поверхневий шар продукту глибиною 10 мм в центрі контейнера з того місця, з якого відбирають пробу. Пробу відповідного розміру відбирають з місця зі знятим поверхневим шаром стерильним інструментом. За необхідності отримання «поверхневої» проби, рівномірно зішкрібають поверхневий шар продукту, який буде піддано досліджуванням, на мінімальну глибину.

Якщо повинен бути дослідженим мікробіологічний стан продукту в такому вигляді, у якому його поставляють покупцю, для відбирання проб треба використовувати прийоми, які звичайно застосовують під час відпускання продукту у роздрібній торгівлі.

Якнайшвидше переміщують пробу у контейнер для проб і негайно закривають його. Контейнер негайно переміщують в один з попередньо охолоджених транспортних контейнерів (12.2.3).

Далі діють, як зазначено в 12.3.2, в асептичних умовах.

12.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування та для органолептичного досліджування

У визначених випадках обладнання для відбирання проб і контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування повинні бути стерильні.

Після відбирання проби негайно переміщують в попередньо охолоджений транспортний контейнер. Для фізичного аналізування використовують тільки оригінальні пакування.

12.3.2.1 Роздрібні контейнери

Споживчою тарою вважають малі пакування, морозиво на паличці, багат шарове морозиво і «мармурове» морозиво.

Проби в оригінальних контейнерах збирають та відправляють, зберігаючи проби в стані глибокого заморожування до проведення аналізувань.

12.3.2.2 М'яке морозиво

М'яке морозиво — це морозиво, яке продають безпосередньо з фризера. Якщо повинен бути дослідженим стан продукту в такому вигляді, у якому його поставляють покупцю, для відбирання проб треба використовувати прийоми, які звичайно застосовують під час відпускання продукту у роздрібній торгівлі.

Якщо потрібна інформація про стан продукту у фризери, відбирають пробу безпосередньо з фризера. У цьому випадку спочатку ретельно очищають і дезинфікують вихідний отвір, як це описано в 5.1.2.

Випускають достатню кількість продукту. Послідовно заповнюють необхідне число контейнерів для проб із фризера, поки той продовжує працювати.

12.3.2.3 Напівфабрикати морозива

Проби напівфабрикатів морозива (наприклад, концентрати і порошки для виготовлення морозива) відбирають, як це описано в розділах 9 і 13.

12.4 Консервування, зберігання і відправлення проб (див. розділи 7 і 8)

Температура зберігання і транспортування може бути різною, залежно від продукту і від того, які мають бути проведені аналізування. Температура повинна бути мінус 18 °С, а в деяких випадках навіть нижче.

13 СУХЕ МОЛОКО ТА СУХІ МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

13.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до таких продуктів, як, наприклад, сухе молоко з різним вмістом жиру, суха молочна сироватка, сухі молочні білкові продукти та їхні похідні, сухий молочний залишок та інші сухі продукти з високим вмістом молочного білку. Описаний метод також застосовують для сухої лактози.

Описаний метод не підходить для сухих продуктів у разі безтарного зберігання (силосна яма). В такому випадку слід відбирати декілька невеликих проб під час завантажування і розвантажування контейнера, щоб одержати середню пробу (партію). Особливу увагу звертають на унеможливлення впливання атмосферної вологи.

13.2 Обладнання для відбирання проб (див. 5.1)

13.2.1 Бури, достатньої довжини, щоб досягати дна тари з продуктом.

Бур повинен бути цілком виготовлений з полірованої нержавіючої сталі. Бури, придатні для тари до 30 кг показані на рисунку А.5. Розміри, що ними треба керуватися, приведені в таблиці А.1. Зовнішній край бура і вістря для типу А повинні бути досить гострими для відбирання проб.

13.2.2 Совок, ложка або широкий шпатель

13.2.3 Контейнери для проб (див. 5.2)

Місткість контейнерів для проб повинна бути такою, щоб контейнери були заповнені пробою на три чверті, що дозволяє добре перемішати вміст струшуванням перед досліджуваннями.

13.3 Відбирання проб

Треба дотримуватися запобіжних заходів, щоб не відбулося проникнення атмосферної вологи в тару з продуктом під час мікробіологічних досліджувань, що передують відбиранню проб для хімічних і фізичних аналізувань, та органолептичних досліджувань. Після відбирання проби необхідно перевірити, що тара закрита.

Маса проби повинна бути не менше ніж 100 г.

13.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Обладнання для відбирання проб і контейнери стерилізують, як це описано в 5.1.2, застосовуючи метод А або метод В. Обладнання попередньо простерилізоване (що є в наявності) також можна використати.

Стерильними ложкою або шпателем (13.2.2) видаляють поверхневий шар продукту з місця відбирання проби. Пробу відбирають стерильним буром, поблизу центра тари, якщо це можливо, користуючись методикою, описаною в 13.3.2. В асептичних умовах пробу якнайшвидше вміщують в стерильний контейнер для проб і негайно закривають. Якщо можуть виникнути питання щодо мікробіологічного стану верхнього шару сухого продукту в продуктовому контейнері, спочатку відбирають спеціальну пробу з цього шару.

13.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування

У визначених випадках обладнання для відбирання проб і контейнери для проб для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування повинні бути стерильні.

Чистий сухий бур (13.2.1) вводять в продукт, поклавши, у разі потреби тару на бік, причому щільна повинна бути розташована знизу, а швидкість введення повинна бути рівномірною. Коли бур досягне дна тари, повертають його на 180°, виймають бур і зсипають його вміст у контейнер для проб.

Пробу, залежно від характеру наступних досліджувань, можна відбирати також совком. Негайно закривають контейнер з пробкою після закінчення її відбирання.

13.3.3 Роздрібні контейнери

Вміст неушкодженого, невідкритого пакування є пробкою. Одне або більше пакувань відбирають, щоб забезпечити величину проби не менше ніж 100 г

13.4 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

14 ВЕРШКОВЕ МАСЛО ТА ПОДІБНІ ДО НЬОГО ПРОДУКТИ

14.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до вершкового масла, вершкового масла з добавками і вершкового масла з низькою масовою часткою жиру, а також подібних до нього продуктів.

14.2 Обладнання для відбирання проб (див. 5.1)

14.2.1 Щупи для відбирання проб вершкового масла, довжина яких дозволяє досягти дна продуктового контейнера, вводять їх діагонально, і розміри яких відповідають їх призначенню (див. рис. А.7).

14.2.2 Шпатель широкий

14.2.3 Ніж відповідного розміру

14.2.4 Контейнери для проб (див. 5.2)

Місткість контейнера для проб повинна бути адекватною до розміру проби.

Рекомендовано використовувати непрозорі контейнери для проб. Якщо це потрібно для виконуваних аналізів, обертають контейнер або стовпчик алюмінієвою фольгою. Картонні коробки використовують для проб у 2 кг.

У деяких випадках важливо, щоб контейнери для проб були цілком заповнені, або наповнені інертним газом і герметично закриті, наприклад, коли треба визначати показник масової частки жиру.

14.2.5 Контейнери для проб для органолептичного досліджування (див. 5.2)

У якості контейнерів підійдуть картонні коробки, які закриваються і, які застеляють в середині алюмінієвою фольгою або папером покритим шаром пергаменту.

Місткість коробок повинна бути така, щоб вони майже цілком були заповнені пробкою.

14.3 Відбирання проб

Маса проби повинна бути не менше ніж 50 г.

14.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Обладнання для відбирання проб і контейнери для проб стерилізують, як це описано в 5.1.2.

Шпатель (14.2.2) використовують щоб зняти поверхневий шар з того місця, з якого відбирають пробу, на глибину 5 мм. Далі діють, як зазначено в 14.3.2, в асептичних умовах. Відбирання продукту проводять тільки стерильним щупом.

Для мікробіологічного досліджування поверхні, відбирання проб треба проводити відповідно до спеціальних інструкцій.

14.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування та для органолептичного досліджування

Для ряду органолептичного досліджування, і особливо для фізичного аналізування, відбирають пробу масою 2 кг.

У визначених випадках для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування, обладнання для відбирання проб і контейнери для проб повинні бути стерильні.

14.3.2.1 Роздрібні контейнери (місткістю 1 кг або менше)

Вміст неушкодженого, невідкритого пакування є пробою. Одне або більше пакувань відбирають, щоб забезпечити величину проби не менше ніж 50 г.

14.3.2.2 Продукти куском або пакетовані (з масою більше ніж 1 кг)

Щуп для відбирання проб масла вводять з краю діагонально через продукт так, щоб він не пройшов через нижню поверхню. Повертають щуп на півоберта і виймають його із стовпчиком масла.

Верхні 25 мм стовпчика відкидають.

Іншу частину стовпчика знімають шпателем з щупа і переміщують в контейнер або безпосередньо, або попередньо обернувши алюмінієвою фольгою. Температури масла, приміщення і щупа для відбирання проб масла повинні бути майже однаковими.

Відбирання проб масла, яке зберігають під час глибокого заморожування, вимагає особливої застережливості і кваліфікації.

14.3.2.3 Велика тара (маса проб більш 2 кг)

Для відбирання проб з великої тари, а також проб масою більше ніж 2 кг, відрізають ножем блок відповідно розмірам коробки для проби, обертають блок алюмінієвою фольгою і переміщують в коробку. Уникають деформування продукту під час відрізування та обгорткування.

14.4 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

15 МОЛОЧНИЙ ЖИР (ТОПЛЕНЕ МАСЛО) ТА АНАЛОГІЧНІ ПРОДУКТИ

15.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до зневодненого молочного жиру, жиру масла, топленого масла та аналогічних продуктів.

15.2 Обладнання для відбирання проб (див. 5.1)

15.2.1 Щупи для відбирання проб масла, довжина яких дозволяє досягти дна тари з продуктом, вводячи їх діагонально, і розміри яких відповідають їх призначенню (див. рисунок А.7).

15.2.2 Шпатель широкий

15.2.3 Мішалка (колотівка) описана у 9.2.1.

15.2.4 Ківш місткістю від 25 до 100 см³.

15.2.5 Контейнери для проб (див. 5.2).

Місткість контейнерів для проб повинна бути такою, щоб контейнери були майже цілком заповнені пробою і дозволяли достатнім чином перемішувати вміст перед досліджуваннями.

У деяких випадках важливо, щоб контейнери для проб були цілком заповнені, або наповнені інертним газом і герметично закриті, наприклад, коли треба визначати показник масової частки жиру.

15.3 Відбирання проб

Маса проби повинна бути не менше ніж 50 г.

15.3.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих контейнерів з продуктом, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Обладнання для відбирання проб і контейнери для проб стерилізують, як це описано в 5.1.2. Шпатель (15.2.2) використовують, щоб зняти поверхневий шар продукту з того місця, з якого відбирають пробу, на глибину 5 мм. Далі діють, як зазначено в 14.3.1, в асептичних умовах.

15.3.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування та для органолептичного досліджування

У визначених випадках для хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування обладнання для відбирання проб і контейнери для проб повинні бути стерильні.

15.3.2.1 Роздрібні контейнери (місткістю 1 кг або менше)

Вміст неушкодженого, невідкритого пакування є пробною. Одне або більше пакувань відбирають, щоб забезпечити величину проби не менше ніж 200 г.

15.3.2.2 Продукт без пакування

15.3.2.2.1 Рідкі продукти

Продукт ретельно перемішують колотівкою або за допомогою механічної мішалки до досягнення достатньої однорідності.

15.3.2.2.2 Тверді продукти

Відбирають пробу, як це описано в 14.3.

15.4 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

16 СИР

16.1 Застосування

Настанови цього розділу застосовують до сиру, зокрема, твердого, надтвердого сиру, напівтвердого, напівм'якого, м'якого сиру, свіжого сиру, кисломолочного сиру, розсольного сиру, попередньо упакованого сиру, плавленого сиру, продуктам із плавленого сиру, плавленого сиру із смаковими добавками і продуктів із сиру.

16.2 Обладнання і реактиви для відбирання проб (див. 5.1)

16.2.1 Щупи для відбирання проб сиру, форма і розміри яких відповідають сиру, проби якого відбирають (див. рисунок А.6).

16.2.2 Ніж з гострим лезом і гладкою поверхнею

16.2.3 Шпатель

16.2.4 Дріт для різання, що відповідає розмірам і міцності.

16.2.5 Покривальні матеріали, наприклад, суміш парафіну, воску і бджолиного воску, приготувана нагріванням, яка повинна відповідати законодавству про харчові продукти в кожній конкретній країні.

16.2.6 Етанол незденатурований, 70 % (за об'ємом).

16.2.7 Контейнери для проб (див. 5.2).

16.3 Відбирання проб

Маса проби повинна бути не менше ніж 100 г.

16.3.1 Загальні положення

Після відбирання проб (стовпчиків, скибок, секторів, цілих невеликих головок тощо) їх негайно переміщують у контейнери для проб відповідних розмірів і форми. Проба може бути розрізана на шматки для вміщення в контейнер, але вона не повинна бути стиснута або розкришена. Слід зберігати проби сиру щільно загорнутими в алюмінієву фольгу всередині і навіть зовні контейнера для проб, що сприяє запобіганню затвердіння поверхні сиру.

Якщо інше не зазначено, за будь-якого методу відбирання проб, проба повинна містити в собі будь-який поверхневий шар сиру (такий, як отверділий шар і кірка).

Якщо необхідно досліджувати поверхневий шар (наприклад, для досліджування поверхневої мікрофлори), слід дотримуватися особливих інструкцій.

Під час відбирання проб беруть до уваги гетерогенний характер продукту.

16.3.2 Відбирання проб сиру, окрім свіжого сиру та розсольного сиру

У першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування і, переважно, з тих самих головок сиру, з яких будуть відбирати проби для проведення хімічного та фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Відбирання проб виконують залежно від форми, маси і типу, відбиранням цілих головок сиру, упакованих або попередньо упакованих порцій або секторів, скибок або стовпчиків, як це показано на рисунках від А.8 до А.23.

16.3.2.1 Відбирання проб цілих головок сиру або попередньо упакованих порцій сиру

Цей метод зазвичай використовують для малих головок сиру, малих порцій і попередньо упакованого сиру.

Відбирають достатнє число пакетів або порцій, щоб одержати пробу з масою не менше ніж 100 г. Пробу в оригінальному пакуванні переміщують в контейнер для проб (пластикові мішечки тощо).

16.3.2.2 Відбирання проб секторів, скибок або стовпчиків

З сиру видаляють зовнішнє пакування; внутрішню оболонку, наприклад, парафін або плівку з полімерних матеріалів, не видаляють.

16.3.2.2.1 Відбирання проб секторів або скибочок

Пробу відрізають ножом або дротом для різання. Сектори або скибочки повинні бути достатньої товщини.

16.3.2.2.2 Відбирання проб стовпчиків

16.3.2.2.2.1 Відбирання проб для мікробіологічного досліджування

В першу чергу, в асептичних умовах завжди відбирають проби для мікробіологічного досліджування, і, якщо це можливо, з того ж продукту (стовпчика), з якого відбирали проби для проведення хімічного і фізичного аналізування, та для органолептичного досліджування.

Маса проби, яку відбирають як поверхневу пробу, може бути менше ніж 100 г. Обладнання і контейнери для відбирання проб повинні бути стерильні, як це зазначено в 5.1.2.

Поверхню сиру дезінфікують навколо місця відбирання проби незденатурованим етанолом (16.2.6). Під час відбирання стовпчика, спочатку відбирають короткий стовпчик великого діаметра. Щоб зробити це, вводять щуп у сир на глибину 25 мм. Щуп повертають на один повний оберт і виймають разом із стовпчиком. Стовпчик зберігають і використовують його пізніше для закриття отвору.

Якщо стовпчик потрібен, як поверхнева проба, його негайно переміщують в контейнер для проб. Потім вводять щуп меншого діаметра і достатньої довжини через внутрішню поверхню отвору від витягнутого стовпчика. Щуп повертають на один повний оберт і виймають разом із стовпчиком.

Ножом переміщують стовпчик у контейнер для проб. Повторюють цю процедуру до одержання проби масою не меншою ніж 100 г. Потім закривають отвір від стовпчика першим з відібраних стовпчиків; якщо він був використаний як поверхнева проба, отвір закривають наявним покривальним матеріалом (див. 16.2.5).

16.3.2.2.2.2 Відбирання проб для хімічного і фізичного аналізування та для органолептичного досліджування

Стовпчик відбирають, ввівши в сир щуп достатньої довжини. Щуп повертають на один повний оберт і виймають разом із стовпчиком. Потім закривають отвір від стовпчика першим з відібраних стовпчиків (приблизно 10 — 20 мм); якщо він був використаний як поверхнева проба, закривають отвір наявним покривальним матеріалом, як описано в 16.2.5.

Стовпчики загортають в алюмінієву фольгу до вміщення їх у контейнер для проб, якщо аналізування не виконують безпосередньо після відбирання проб.

16.3.3 Відбирання проб свіжого сиру

Для відбирання проб свіжого сиру тара повинна бути неушкоджена і невідкрита. Пакування слід відкривати безпосередньо перед аналізуванням.

Достатнє число упаковок відбирають, щоб одержати пробу масою не меншою ніж 100 г. Пакування, з яких відбирають проби, повинні бути не ушкоджені.

16.3.4 Відбирання проб розсільного сиру

Проби сиру відбирають фрагментами масою не менше ніж 100 г кожний (без розсолу, олії тощо).

Під час зберігання, особливо в розсолі, склад сиру буде змінюватися залежно від часу і температури. Дослідна лабораторія повинна вказати, чи містить проба в собі розсіл, олію тощо, чи ні. Зазвичай вона містить у собі розсіл, олію тощо. Якщо це можливо, треба дотримуватися первісної пропорції сиру і рідини, а остання повинна цілком покривати сир.

Якщо розсіл входить до складу проби, відбирають достатню кількість розсолу, так щоб сир був цілком покритий. Якщо розсіл не входить до складу проби, сир або фрагменти сиру необхідно висушити фільтрувальним папером і помістити в контейнер для проб.

Дослідна лабораторія може вказати температуру, за якої пробу треба зберігати і відправляти. У протоколі відбирання проб фіксують, чи була проба відібрана з розсолем, олією тощо, чи ні.

16.4 Консервування, зберігання і відправлення проб

Див. розділи 7 і 8.

ДОДАТОК А (обов'язковий)

ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВІДБИРАННЯ ПРОБ ТА ФОРМИ ПРОБ

А.1 ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВІДБИРАННЯ ПРОБ

А.1.1 Мішалки (колотівки)

Див. рисунки А.1 і А.2

Розміри у міліметрах

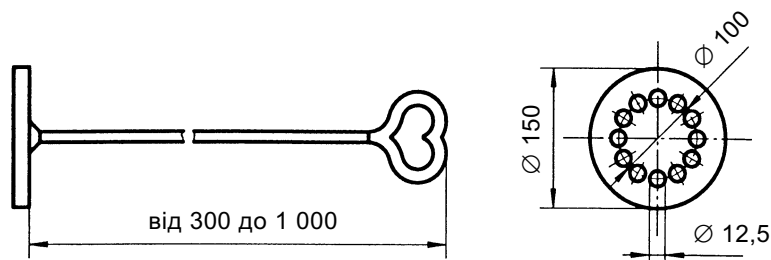


Рисунок А.1 — Мішалка (колотівка) для бідонів і відер, що її рекомендовано

Розміри у міліметрах

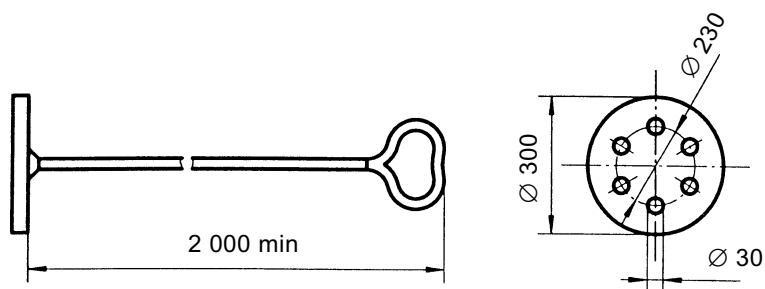


Рисунок А.2 — Мішалка (колотівка) для автомобільних, залізничних цистерн і цистерн на фермах

А.1.2 Ковші

Див. рисунок А.3.

А.1.3 Мішалки

Див. рисунок А.4.

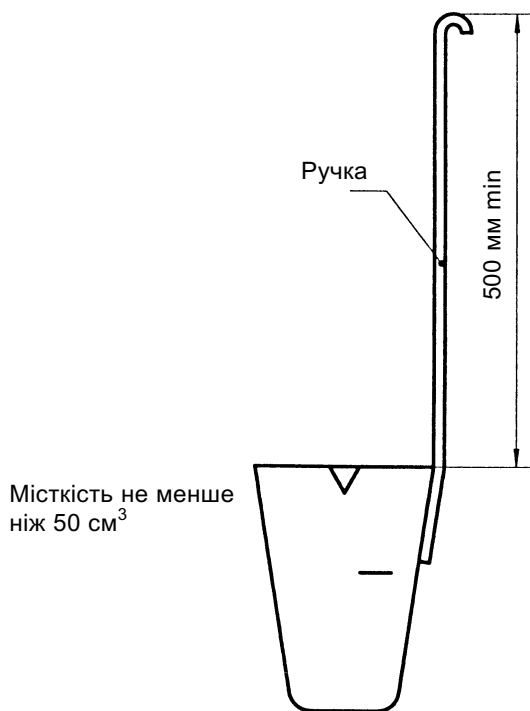


Рисунок А.3 — Ківш для рідини

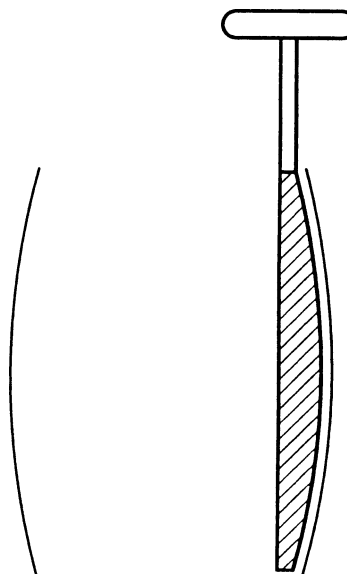


Рисунок А.4 — Мішалка для згущеного молока з цукром в бочках

А.1.4 Бури

А.1.4.1 Відбирання проб сухого молока

Див. рисунок А.5 і таблицю А.1

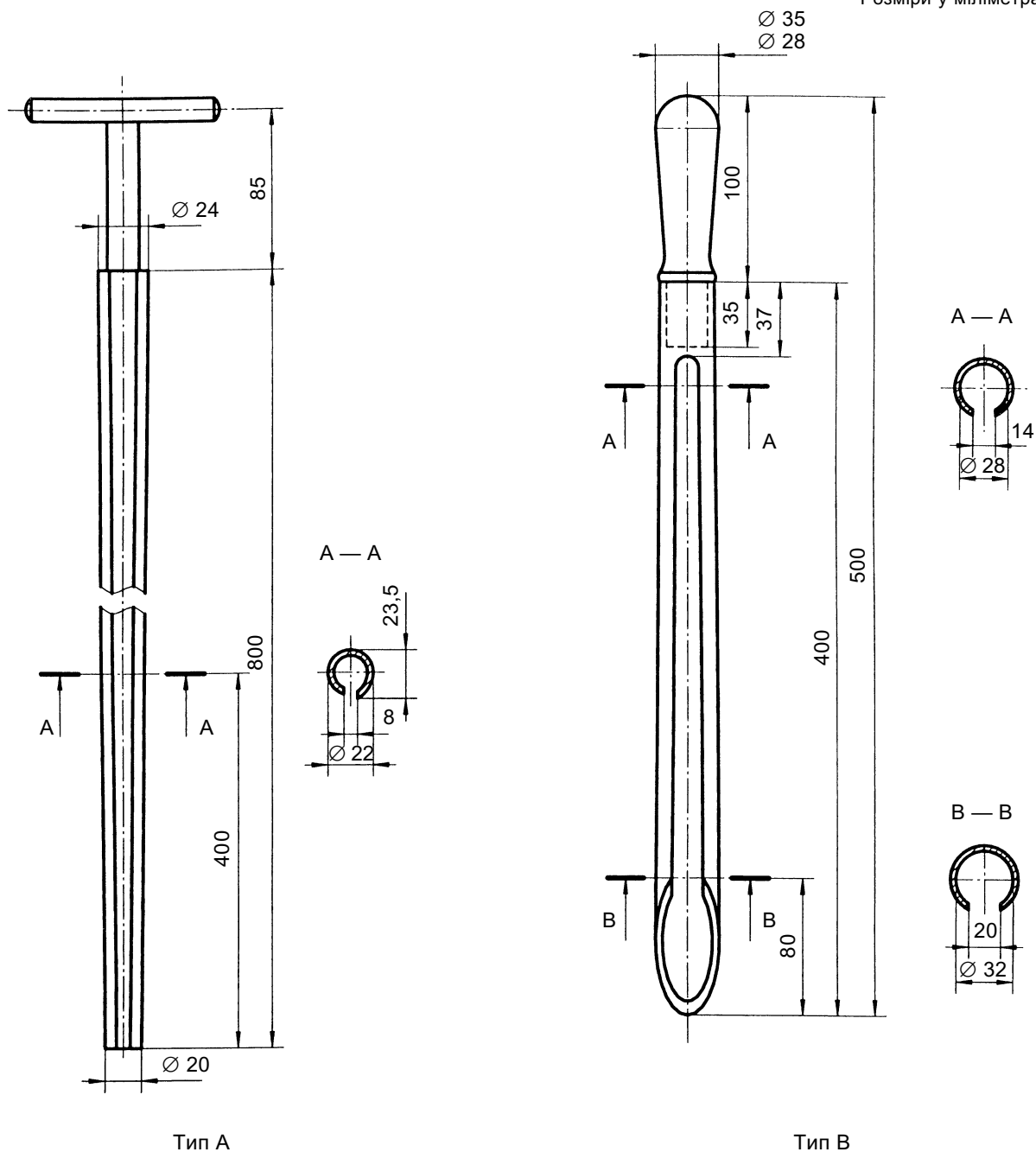


Рисунок А.5 — Бури для сухого молока (див. таблицю А.1)

Таблиця А.1 — Бури

Розмір	Тип А (довгий)	Тип В (короткий)
Довжина леза	800	400
Товщина металу леза	від 1 до 2	від 1 до 2
Внутрішній діаметр леза біля вістря	18	32
Внутрішній діаметр леза біля рукояті	22	28
Ширина щілини біля вістря	4	20
Ширина щілини біля рукояті	14	14

A.1.4.2 Відбирання проб сиру

Див. рисунок А.6 і таблицю А.2

Розміри у міліметрах

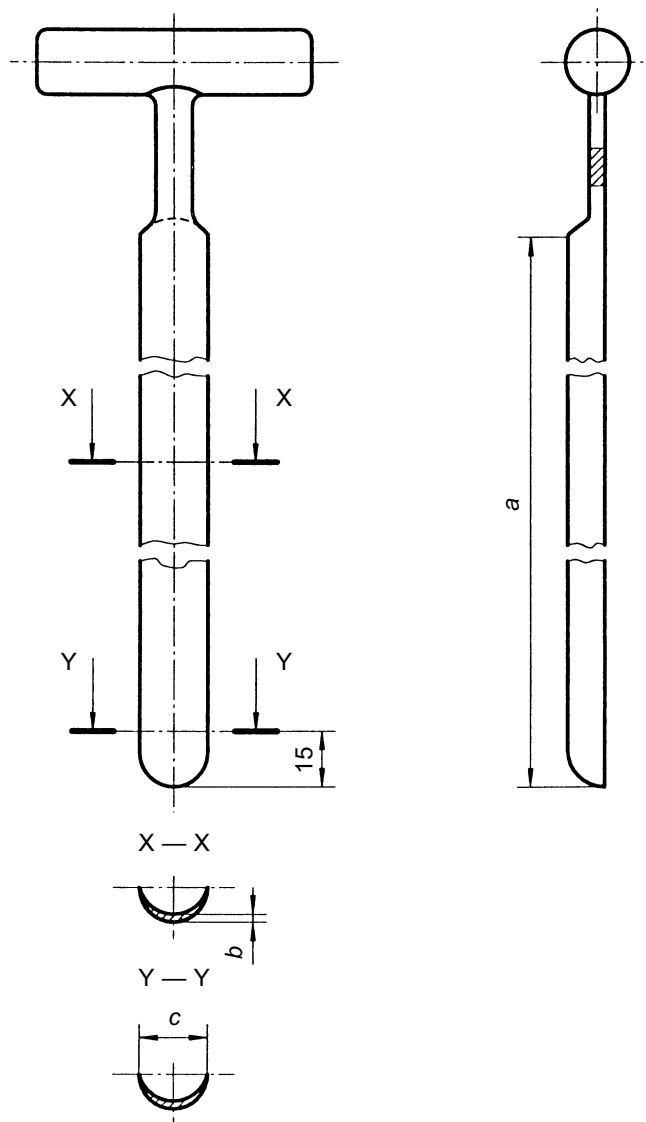


Рисунок А.6 — Щупи для відбирання проб сиру (див. таблицю А.2)

Таблиця А.2 — Щупи для відбирання проб сиру

Розміри у міліметрах

Розмір	Тип А (довгий)	Тип В (середній)	Тип С (короткий)
Довжина леза, <i>a</i>	540	150	125
Мінімальна товщина металу в середині леза, <i>b</i>	1,5	0,9	0,7
Мінімальна фронтальна ширина на відстані 15 мм від кінця леза, <i>c</i>	17	14	11

A.1.4.3 Відбирання проб масла

Див. рисунок А.7 і таблицю А.3

Розміри у міліметрах

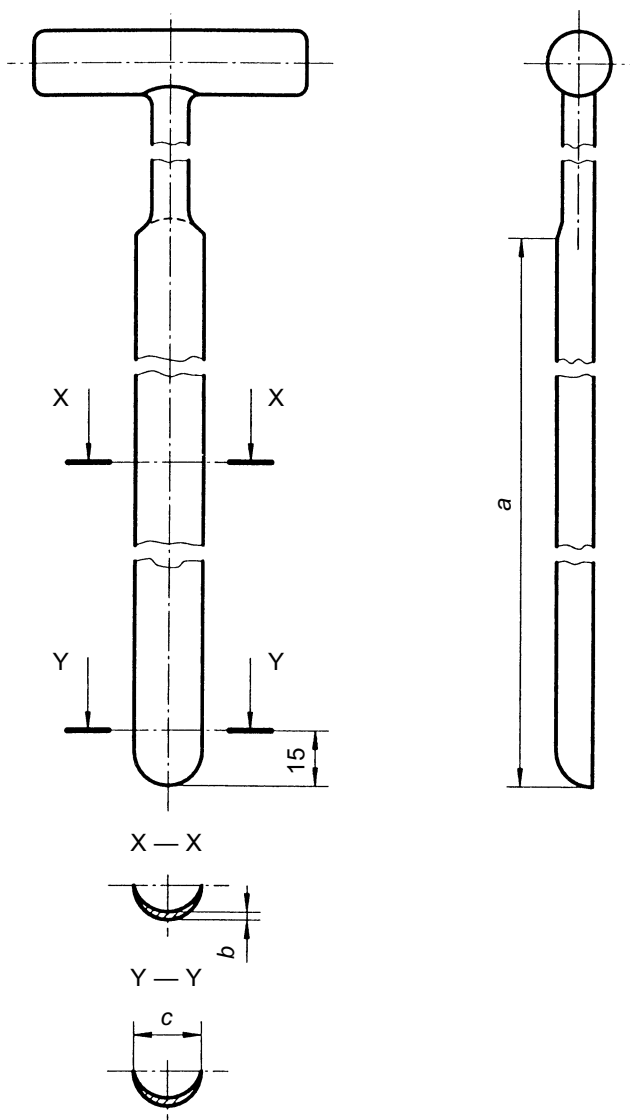


Рисунок А.7 — Щупи для відбирання проб масла (див. таблицю А.3)

Таблиця А.3 — Щупи для відбирання проб масла

Розміри у міліметрах

Розмір	Тип А (довгий)	Тип В (середній)	Тип С (короткий)
Довжина леза, <i>a</i>	540	від 220 до 260	125
Мінімальна товщина металу в середині леза, <i>b</i>	1,8	1,5	1,0
Мінімальна фронтальна ширина на відстані 15 мм від кінця леза, <i>c</i>	17	17	11
Примітка. Зазвичай використовують щупи типу В. В окремих випадках можна також використовувати тип А довгий і тип С (короткий).			

А.2 КОНФІГУРАЦІЯ ПРОБ

Конфігурація проб показана на рисунках від А.8 до А.23.

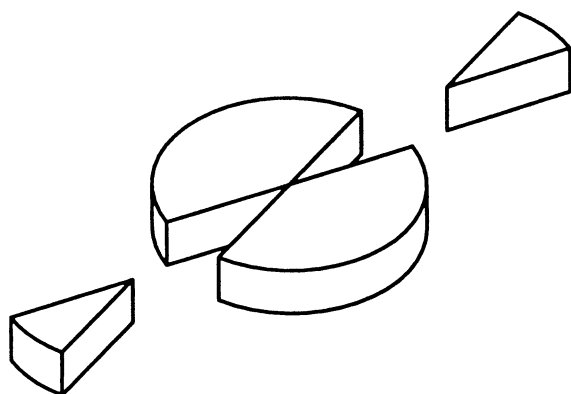


Рисунок А.8 — Відбирання проби відрізуванням двох секторів

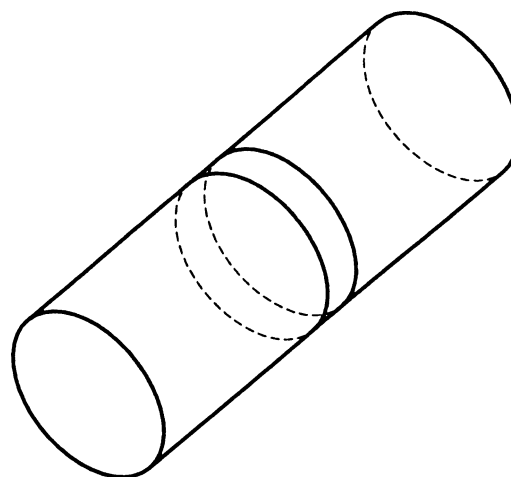


Рисунок А.9 — Відбирання проби відрізуванням одного куска

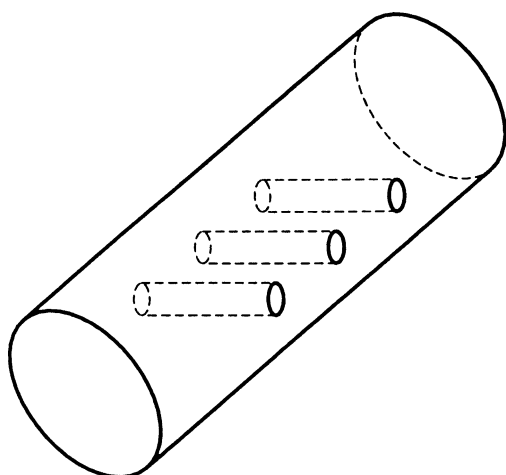


Рисунок А.10 — Відбирання проби щупом

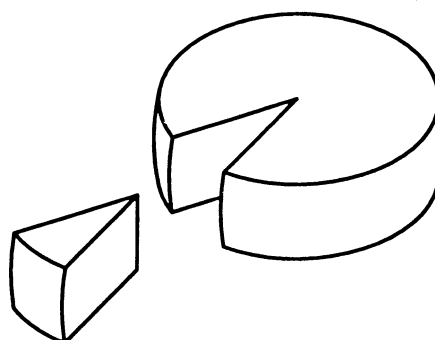


Рисунок А.11 — Відбирання проби від головки сиру у вигляді плоского циліндра відрізуванням одного сектора

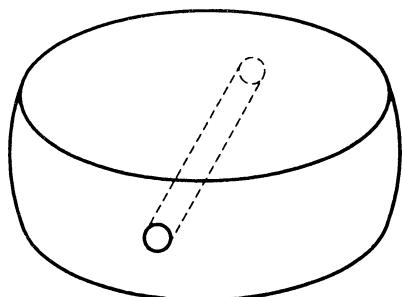


Рисунок А.12 — Відбирання проби від головки сиру у вигляді плоского циліндра з боків

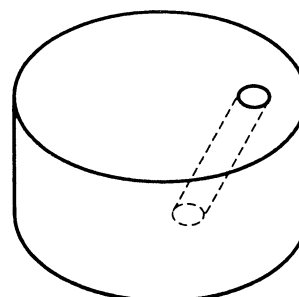


Рисунок А.13 — Відбирання проби від головки сиру у вигляді широкого циліндра нахиленим щупом, який вводять зверху і, який проходить через продукт

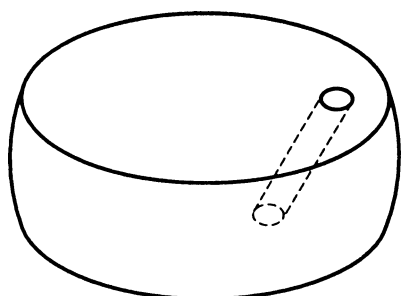


Рисунок А.14 — Відбирання проби щупом від головки сиру у вигляді великого плоского циліндра

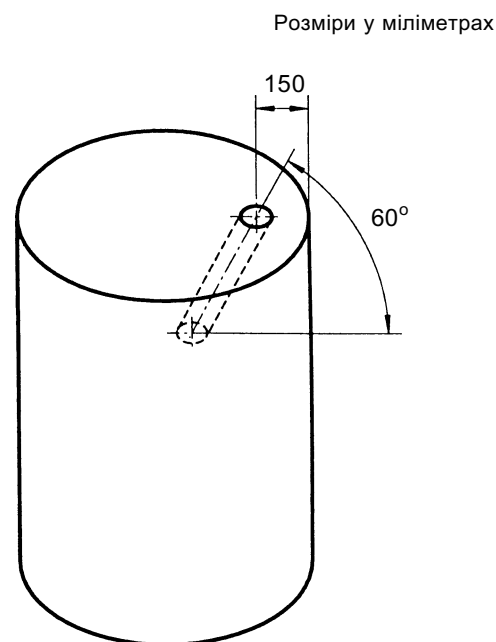


Рисунок А.15 — Відбирання проби щупом від головки сиру у вигляді високого плоского циліндра

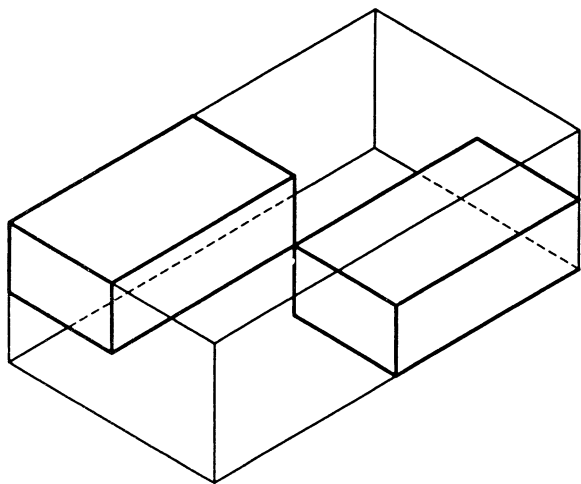


Рисунок А.16 — Відбирання проби відрізуванням куска від головки сиру у формі блока або брикету, у якого більша площина прямокутна, але не квадратна

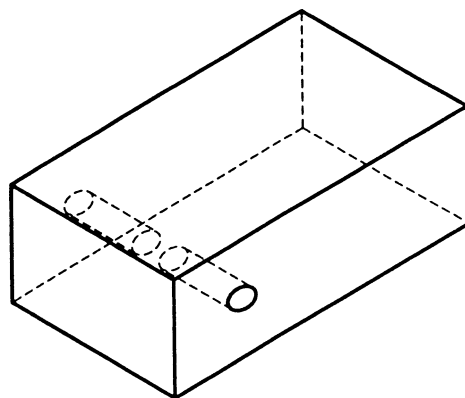


Рисунок А.17 — Відбирання проби щупом від головки сиру у формі блока

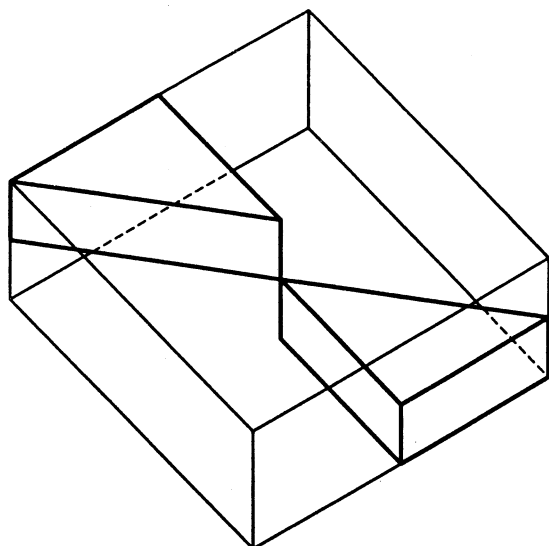


Рисунок А.18 — Відбирання проби відрізуванням куска від головки сиру у формі блока, у якого більша площина квадратна

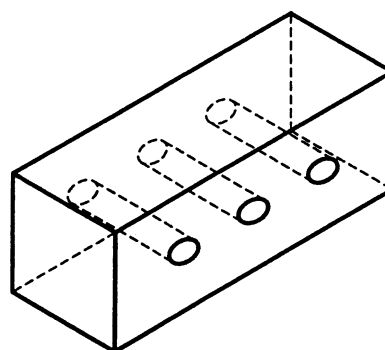


Рисунок А.19 — Відбирання проби щупом від головки сиру в формі блока (брикету)

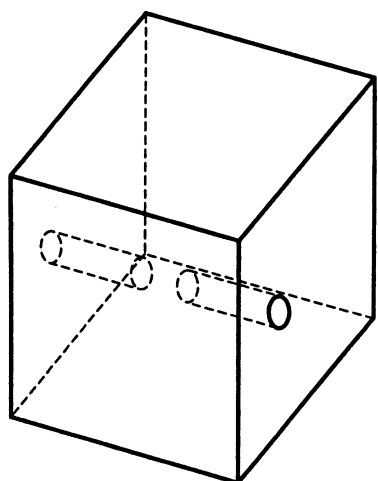


Рисунок А.20 — Відбирання проби щупом від головки сиру у формі куба

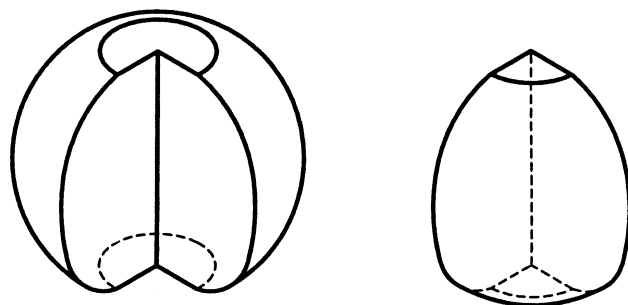


Рисунок А.21 — Відбирання проби від сферичної головки сиру з плоскими сторонами відрізуванням сектора

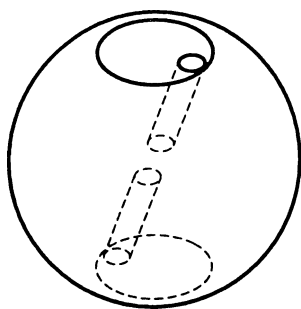


Рисунок А.22 — Відбирання проби щупом від сферичної головки сиру з плоскими сторонами

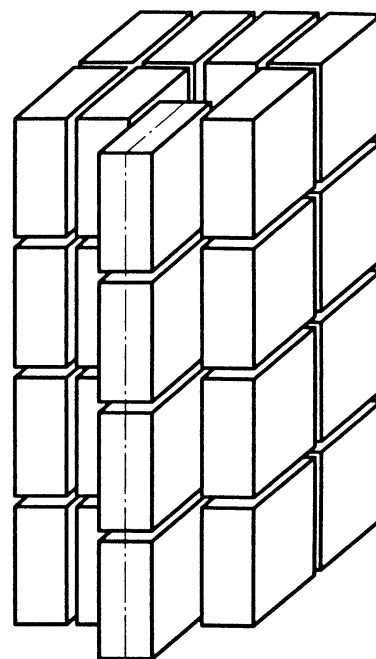


Рисунок А.23 — Відбирання проб сирів у розсолі з контейнерів, що містять більше чотирьох блоків сиру

ТЕРМІЧНО ІЗОЛЬОВАНИЙ КОНТЕЙНЕР ДЛЯ ТРАНСПОРТУВАННЯ ОХОЛОДЖЕНИХ, ЗАМОРОЖЕНИХ І ШВИДКОЗАМОРОЖЕНИХ ХАРЧОВИХ ПРОБ

В.1 Загальні положення

Цей додаток визначає вимоги до використання і конструкції термічно ізольованого контейнера, який призначено для зберігання охолоджених, заморожених та швидкозаморожених харчових проб під час транспортування їх від місця відбирання до дослідної лабораторії таким чином, щоб стан проби істотно не змінився від моменту її відбирання.

Випробовування з оцінювання ізолювального ефекту зазначеного контейнера відповідно до В.3.

Користувачі ізольованих контейнерів повинні регулярно фіксувати зміну температури проб під час транспортування за допомогою відповідного устаткування (наприклад, Pt 100).

Припустимою альтернативою ізольованому контейнеру є технічно складніші пристрої з активним охолодженням від акумуляторних батарей легкових автомобілів, а також пристрої з використанням елементів Пельтьє.

В.2 Вимоги

Примітка. Температура навколишнього середовища (30 ± 1) °C обрана як умова випробовування ізольованого транспортного контейнера, який застосовують. Таке значення обране умовно тільки для випробовування. Якщо транспортний контейнер використовують в областях з більш високою температурою навколишнього середовища, для випробовування слід вибрати більш високу температуру. Співвідношення між кількостями харчових проб і холодоагенту повинне бути уточнено, виходячи з цих умов.

В.2.1 Групи продуктів

В.2.1.1 Група А: діапазон температур від 0 до 4 °C

Під час зберігання протягом 24 год в ізольованому контейнері (температура навколишнього середовища (30 ± 1) °C) температура проб продукту групи А з вихідною температурою від 0 до 4 °C не повинна падати нижче 0 °C і не повинна перевищувати 5 °C.

В.2.1.2 Група В: діапазон температур від мінус 18 °C і нижче

Після зберігання протягом 24 год в ізольованому контейнері (температура навколишнього середовища (30 ± 1) °C) температура проб продукту групи В, який був попередньо охолоджений до температури нижче мінус 18 °C, не повинна перевищувати мінус 18 °C.

В.2.2 Транспортний контейнер

Примітка. Можна не вимагати дотримання усіх вимог, якщо контейнер сконструйований тільки для визначених продуктів і (або) визначених типів аналізів.

В.2.2.1 Матеріали

Матеріал контейнера повинен відповідати вимогам, зазначеним у перерахуваннях від а) до d). Тому що пакувальний матеріал може бути ушкоджений під час транспортування, матеріал контейнера також повинен додатково відповідати вимогам, зазначеним у перерахуваннях від е) до h).

а) З матеріалу на пробу не повинні переходити ніякі шкідливі для здоров'я речовини.

б) Матеріал не повинен впливати на запах і смак проб.

Примітка. Цей критерій може бути перевірений за допомогою перевіркової харчової проби (наприклад, масла) згідно IDF 99B [4].

с) Матеріали, за винятком ізолювального матеріалу, повинні бути тривкі до корозії.

д) Усі використовувані матеріали повинні бути непрозорі.

е) Матеріали, за винятком ізолювального матеріалу, повинні бути тривкі до фарбування.

ф) Матеріали, що вступають у контакт з пробами, повинні бути стійкі до насиченої пари і температур до мінус 20 °C.

г) Матеріали внутрішньої поверхні та ізолювальний матеріал транспортного контейнера типу А і типу В повинні бути стійкі до температур до мінус 60 °C.

h) Матеріали повинні бути стійкими до мийних і дезінфікувальних речовин, які застосовують у харчовій промисловості, у встановленому порядку.

В.2.2.2 Дизайн та конструкція

Дизайн та конструкція транспортного контейнера повинні відповідати таким вимогам:

- a) транспортний контейнер повинен бути протиударний, не змінювати своїх розмірів за умови звичайного транспортування проб;
- b) транспортний контейнер повинен бути герметичним для запахів і рідин;
- c) зовнішні і внутрішні поверхні повинні бути гладкі, вільні від тріщин і щілин, непористі, доступні для очищення та дезінфікування;
- d) залежно від групи продукту, транспортний контейнер повинен мати ізоляцію, що відповідає вимогам досліджування, зазначених у В.3;
- e) ізоляційний матеріал повинен бути замінний;
- f) сухий лід не повинен створювати в контейнері тиск більше атмосферного.

В.2.3 Холодоагенти

Може бути використаний колотий лід, якщо він не буде негативно впливати на пробу.

В.2.3.1 Охолоджувальні елементи

Використовують охолоджувальні елементи постійних розмірів з пластику, заповненого розчином хлориду натрію. Поверхня повинна бути стійкою до мийних та дезінфікуювальних речовин, які в установленому порядку застосовують в харчовій промисловості і не впливають на запах та смак проб (без поглинання стороннього запаху).

Примітка. Маючи на увазі запобігання місцевого переохолодження продуктів, малі охолоджувальні елементи масою близько 200 г вважають кращими порівняно з великими охолоджувальними елементами. Нормативи для наявних на ринку охолоджувальних елементів, що застосовують в домашніх та польових умовах, відповідають вимогам цього стандарту. Їх придатність повинна бути перевірена попередніми досліджуваннями.

В.2.3.2 Сухий лід (твердий CO₂)

Твердий діоксид вуглецю у формі шматків або кубиків повинен бути попередньо розколотий для більш точного дозування.

Примітка. Твердий діоксид вуглецю є на ринку. За допомогою відповідного допоміжного устаткування сухий лід можна отримати із CO₂, що знаходиться під тиском у циліндрах з нагнітальними трубами.

В.3 Досліджування ізолювального ефекту ізольованих транспортних контейнерів**В.3.1 Група продуктів А****В.3.1.1 Апаратура**

В.3.1.1.1 Сушильна шафа або піч, розмір яких дозволяє розмістити транспортний контейнер, які можуть підтримувати температуру $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

В.3.1.1.2 Обладнання для вимірювання температури

Обладнання для вимірювання температури повинно складатися з відповідних датчиків (наприклад, Pt 100), занурених у центр і периферійні області досліджуваних продуктів, а також вимірювального інструмента з пристроєм запису, з'єднаним з цими датчиками для фіксування вимірюваних значень. За температури від 0 до 20 °C, обладнання для вимірювання температури повинно забезпечувати точність у межах $\pm 0,5 ^\circ\text{C}$.

В.3.1.1.3 Охолоджувальні елементи

Вони повинні відповідати В.2.3.1.

В.3.1.1.4 Досліджувані продукти

У якості досліджуваних продуктів (наприклад, йогурт і молоко) використовують ті самі пакети, які звичайно відбирають як проби.

Примітка. Досліджувані пакети згідно з ISO 5155 [5] також придатні для цього.

В.3.1.2 Методика

У досліджувані продукти, попередньо охолоджені від 0 до 4 °C, повинні бути встановлені датчики таким чином, щоб можна було заміряти температуру в центрі і температуру в областях, що безпосередньо прилягають до внутрішньої стінки пакета. Датчики повинні бути з'єднані з записувальним пристроєм. Охолоджувальні елементи (див. В.2.3.1), що були попередньо охолоджені до мінус 18 °C, повинні бути додані до випробовуваних продуктів.

Кількість використаного холодоагенту треба вибирати відповідно до кількості досліджуваного продукту і розміру внутрішнього простору (див. С.1 додатка С).

Транспортний контейнер повинен бути закритий і вміщений у сушильну шафу або піч, зазначені у В.3.1.1.1, за температури $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$, а контейнер повинен перебувати там протягом 24 год. Температуру треба вимірювати і фіксувати протягом всього досліджування.

Постійно під час досліджування продукту температура не повинна падати нижче $0 ^\circ\text{C}$. Якщо температура упала нижче цього значення, досліджування припиняють і повторюють з іншим співвідношенням досліджуваного продукту і холодоагенту.

В.3.2 Група продуктів В

В.3.2.1 Апаратура

В.3.2.1.1 Сушильна шафа або піч (див. В.3.1.1.1).

В.3.2.1.2 Обладнання для вимірювання температури, що складається з одного точкового датчика і одного індикатора, придатного для вимірювання температури від мінус 50 до мінус $10 ^\circ\text{C}$ з точністю в межах $\pm 1 ^\circ\text{C}$, або за допомогою іншої апаратури порівняної ефективності.

В.3.2.1.3 Свердло або подібний пристрій, для проникнення усередину замороженого досліджуваного продукту, щоб забезпечити можливість вимірювання температури усередині.

В.3.2.1.4 Сухий лід (див. В.2.3.2).

В.3.2.1.5 Досліджуваний продукт

У якості досліджуваного продукту використовують пакети, які зазвичай відбирають як проби (наприклад, морозиво або швидкозаморожені продукти).

В.3.2.1.6 Ізоляційний матеріал або покриття для запобігання прямого контактування між сухим льодом і досліджуваним продуктом, наприклад, пінополістиролові панелі, пластикове ворсисте покриття.

В.3.2.2 Методика

Кладуть таку кількість сухого льоду, яка відповідає кількості продукту, що закладають у транспортний контейнер.

У досліджуваному продукті, який був попередньо охолоджений до температури нижче мінус $18 ^\circ\text{C}$, слід проробити отвір глибиною 1 см і розмістити у транспортному контейнері таким чином, щоб досліджуваний продукт був ізольованим від сухого льоду шаром ізолювального матеріалу згідно з В.3.2.1.6 товщиною не менше ніж 10 мм.

Транспортний контейнер закривають та вміщують його у сушильну шафу або піч (див. В.3.1.1.1), які повинні бути настроєні на температуру $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$, а контейнер повинен знаходитися у сушильній шафі або печі протягом 24 год. Після закінчення цього часу, виймають транспортний контейнер із сушильної шафи або печі та відкривають його. Потім негайно вимірюють температуру, яка переважає у отворі, проробленому у досліджуваному продукті, використовуючи обладнання для вимірювання температури, зазначене в В.3.2.1.2.

ДОДАТОК С (довідковий)

ДОДАТКОВА ІНФОРМАЦІЯ ЩОДО ВИКОРИСТОВУВАННЯ ІЗОЛЬОВАНИХ ТРАНСПОРТНИХ КОНТЕЙНЕРІВ

С.1 Приблизне співвідношення проб продуктів і холодоагенту повинне бути грубо визначене під час попередніх досліджувань.

Воно залежить від сподіваних умов транспортування, таких, як:

- ступінь заповнення внутрішнього простору;
- час транспортування;
- сподівана середня температура навколишнього середовища;
- вид проби продукту.

Як приклад можуть бути використані результати досліджування відповідного транспортного контейнера, для якого попередньо охолоджені охолоджувальні елементи загальною масою 1800 г потрібні були для виконання рекомендацій В.3.1 для трьох 1 літрових паперових пакетів молока (3,5 % жиру).

С.2 Для транспортування заморожених та швидкозаморожених проб повинні бути проведені попередні досліджування, щоб переконатися в тому, що надлишкова кількість сухого льоду не веде до переохолодження (наприклад, нижче мінус 30 °С) проб продуктів.

С.3 Під час досліджування, у яких проби морозива охолоджували сухим льодом протягом одного тижня, не спостерігалось значного зменшення значення рН, що може вплинути на мікробіологічні досліджування. Це означає, що немає потреби забезпечувати проби герметичним пакуванням перед транспортуванням.

ДОДАТОК D
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 International Dairy Federation Guidelines for sampling equipment and data collection on milk collection tankers. Bull. Int. Dairy Fed., No. 252 (1990)
- 2 ISO 5538:1987 Milk and milk products — Sampling — Inspection by attributes
- 3 ISO 8197:1988 Milk and milk products — Sampling — Inspection by variables
- 4 IDF Provisional Standard 99B:1995, Sensory evaluations of dairy products
- 5 ISO 5155:1995 Household refrigerating appliances — Frozen food storage cabinets and food freezers — Characteristics and test methods.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

- 1 Вимоги міжнародної Молочної Федерації до обладнання щодо відбирання проб та збирання інформації для молоковозів. Бюл. Міжн. Мол. Фед., № 252 (1990)
- 2 ISO 5538:1987 Молоко та молочні продукти. Відбирання проб. Контролювання якісних ознак
- 3 ISO 8197:1988 Молоко та молочні продукти. Відбирання проб. Контролювання кількісних ознак
- 4 IDF 99B:1995 Органолептичний аналіз молочних продуктів
Тимчасовий стандарт
- 5 ISO 5155:1995 Побутові холодильники. Морозильники та харчові фризери. Основні характеристики та методи випробовування.

67.100.01

Ключові слова: молочні продукти, молоко, настанови, проби, методи відбирання проб, хімічні аналізування, метод аналізування.



ДСТУ ISO 1211:2002

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)
(ISO 1211:1999, IDT)

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Г. Єресько**, д-р техн. наук; **М. Яцюта**, канд. техн. наук; **М. Міщенко**; **О. Козаченко**; **С. Вербицький**; **П. Лопата**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держстандарту України від 18 вересня 2002 р. № 513 з 2003–10–01

3 Стандарт відповідає ISO 1211:1999 Milk — Determination of fat content — Gravimetric method — (Reference method) (Молоко. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод. (Арбітражний метод))

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	с.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	1
4 Суть методу	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура	2
7 Відбирання проб	3
8 Готування досліджуваної проби	3
9 Проведення випробування	4
10 Обчислювання і оброблювання результатів	7
11 Точність	7
12 Протокол випробування	7
Додаток А Примітка до ходу визначання	8
Додаток В Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками	9
Бібліографія	12

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 1211:1999 Milk — Determination of fat content — Gravimetric method — (Reference method) (Молоко. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод. (Арбітражний метод)).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, є ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює гравіметричний (контрольний) метод для визначання вмісту жиру в молоці.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- змінено назву стандарту;
 - слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
 - до розділу 1 «Сфера застосування» подано «Національну примітку»;
 - структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;
 - одиниці фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI);
 - до розділу 2 «Нормативні посилання» та розділу «Бібліографія» подано «Національне пояснення» щодо перекладу назв стандартів українською мовою;
 - до розділу 5 «Реактиви» подано «Національні примітки» щодо використання води здистильованої згідно з чинним в Україні ГОСТ 6709–72 «Вода дистиллированная. Технические условия» та терміна «контрольний дослід»;
 - до розділу 7 «Відбирання проб» подано «Національну примітку», щодо чинних в Україні стандартів з відбирання проб;
 - до розділу 9 «Проведення випробування» подано «Національну примітку», де наведена інформація стосовно застосування ексікаторів для охолодження посудин для збирання жиру;
 - «Національне пояснення» та «Національні примітки» в тексті стандарту виділено рамкою.
- Метод, встановлений цим стандартом, рекомендовано використовувати як контрольний.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)

МОЛОКО

Гравиметрический метод определения содержания жира
(Контрольный метод)

MILK

Gravimetric method for the determination of fat content
(Control method)

Чинний від 2003–10–01

ЗАУВАГА. Під час застосування цього стандарту використовують небезпечні матеріали, операції та устаткування. Цей стандарт не вказує на всі проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Відповідальність за забезпечення безпеки і правильність використання, а також за застосування необхідних обмежень перед впровадженням цього стандарту лежить на його користувачах.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначання вмісту жиру в молоці. Метод поширюється на сире молоко та всі види питного молока, яке піддавали технологічному переробленню, а також на молоко, у якому не помітно відділення або розпаду жиру внаслідок ліполізу (див. примітку до розділу 8).

Примітка. Якщо потрібна більша точність для знежиреного молока, наприклад для встановлення ефективності роботи сепаратора відокремлювача вершків використовують спеціальний метод для знежирених продуктів згідно з ISO 7208.

Національна примітка

В Україні чинний ДСТУ ISO 7208.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO 3889 Milk and milk products — Determination of fat content — Mojonnier-type fat extraction flasks.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 3889 Молоко та молочні продукти. Визначання вмісту жиру. Колби Можоньє для екстрагування жиру.

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використовують такий термін з відповідним визначенням.

3.1 вміст жиру у молоці (*fat content of milk*)

Масова частка речовини, яку визначають методом, встановленим цим стандартом.

Примітка. Вміст жиру виражають, як масову частку, у відсотках [раніше позначали як % (m/m)].

4 СУТЬ МЕТОДУ

Метод засновано на екстрагуванні діетиловим та петролейним ефірами аміачно-спиртового розчину досліджуваної проби. Потім дистиляцією або випарюванням розчинники видаляють і визначають масу екстрагованих речовин.

Примітка. Зазвичай його називають принципом Розе-Готліба.

5 РЕАКТИВИ

Використовують тільки якісні реактиви, якщо немає інших вказівок, і здистильовану або здемінералізовану воду, або воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

В Україні використовують воду здистильовану згідно з ГОСТ 6709.

Реактиви не повинні залишати помітного залишку після проведення описаного методу (див. 9.2.2).

5.1 Розчин аміаку з масовою часткою NH_3 приблизно 25 % ($\rho_{20} = 910 \text{ г/дм}^3$).

Примітка. Якщо немає в наявності розчину аміаку такої концентрації, можливо використовувати більш концентрований розчин відомої концентрації (див. 9.4.1).

5.2 Етиловий спирт ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), або етиловий спирт зденатурований метиловим спиртом, з об'ємною часткою етилового спирту не менше ніж 94 % (див. А.5).

5.3 Розчин Конго червоного

Розчиняють 1 г Конго червоного у воді в мірній колбі з однією поділкою місткістю 100 см^3 (6.14). Доводять водою до поділки.

Примітка. Рекомендовано використовувати цей розчин, щоб більш чітко розрізнати поверхню розділу між розчинником і водяним шаром (див. 9.4.2). Можна використовувати і інші водорозчинні барвники за умови, що вони не впливають на результати визначення.

5.4 Діетиловий ефір ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) вільний від перекисів (див. А.3), що містить не більше ніж 2 мг/кг антиоксидантів і відповідає вимогам «сліпого» дослідження (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний дослід».

Примітка. Використання діетилового ефіру може призвести до небезпечної ситуації. Враховуючи вимоги безпеки проводять дослідження щодо заміни діетилового ефіру іншим реактивом за умови, що це не вплине на кінцевий результат визначення.

5.5 Петролейний ефір з точкою кипіння в межах від 30 до 60 °С або як еквівалент, пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) з точкою кипіння 36 °С, що задовольняє вимогам «сліпого» дослідження (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Примітка. Використовувати пентан рекомендують через його високу чистоту і стабільність.

5.6 Змішаний розчинник

Перед використанням змішують в однакових об'ємах діетиловий ефір (5.4) і петролейний ефір (5.5).

6 АПАРАТУРА

ЗАУВАГА. Внаслідок того, що метод визначення передбачає використання летких вогне-небезпечних розчинників, вся електрична апаратура, що її використовують повинна відповідати нормам безпеки, під час застосовування таких розчинників.

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема таке:

6.1 Аналітичні ваги з ціною поділки — 0,1 мг, що дозволяють зважувати від 1 мг.

6.2 Центрифуга, в яку встановлюють колби або пробірки для екстрагування жиру (6.6), з частотою обертання від 500 до 600 хв^{-1} і радіальним прискоренням від 80 до 90 g на віддаленому кінці колб або пробірок.

Примітка. Використовування центрифуги — не обов'язкове, але його рекомендують (див. 9.4.5).

6.3 Дистиляційний або випарний апарат — для дистилювання розчинників і етилового спирту з довгогорлих або конічних колб, або для випарювання з хімічних стаканів або чашок (див. 9.4.12) за температури, що не перевищує 100 °С.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням, з вентиляційними отворами, що повністю відкриваються, здатна підтримувати температуру $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ у всьому її робочому просторі.

Шафа повинна мати придатний термометр.

6.5 Водяна баня, що здатна підтримувати температуру від 35 до 40 $^\circ\text{C}$.

6.6 Колби Можоньє для екстрагування жиру згідно з ISO 3889.

Примітка. Можливо також використовувати пробірки для екстрагування жиру, з сифонним або промивним патрубком, але в цьому випадку змінюється методика. Альтернативна методика зазначена в додатку В.

Колби для екстрагування жиру повинні бути забезпечені якісними корками або пробками з інших матеріалів [наприклад, силіконової гуми або політетрафторетилену (ПТФЕ)], нейтральних до реактивів, що їх застосовують. Корки повинні бути очищені діетиловим ефіром (5.4), витримані у воді за температури 60 $^\circ\text{C}$ або вище, не менше ніж 15 хв, після чого їх охолоджують у воді для того, щоб під час використання вони були насичені водою.

6.7 Штатив для колб для екстрагування жиру (пробірки) (6.6).

6.8 Скляна промивалка для використання змішаного розчинника (5.6).

Не слід використовувати пластмасову промивалку.

6.9 Посудини для збирання жиру, наприклад, довгогорлі колби (плоскодонні) місткістю від 125 до 250 cm^3 , конічні колби місткістю 250 cm^3 , або металеві чашки.

Металеві чашки плоскодонні з нержавкої сталі діаметром від 80 до 100 мм і висотою приблизно 50 мм.

6.10 Допоміжні матеріали для кипіння: знежирений непористий фарфор або карбід кремнію (необов'язкові під час використання металевих чашок).

6.11 Мірні циліндри місткістю 5 і 25 cm^3 .

6.12 Піпетки градуйовані місткістю 10 cm^3 .

6.13 Щипці металеві для фіксування колб, хімічних стаканів і чашок.

6.14 Мірна колба з однією поділкою, місткістю 100 cm^3 .

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб не є частиною методу, описаного в цьому стандарті. Рекомендоване відбирання проб зазначено у ISO 707.

Національна примітка

В Україні чинні ДСТУ ISO 707 та ГОСТ 26809.

Важливо, щоб лабораторія отримала проби, які не були ушкоджені або зазнали змін під час транспортування або зберігання.

Проби з моменту їх відбирання зберігають за температури від 2 до 6 $^\circ\text{C}$.

8 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОЇ ПРОБИ

Нагрівають досліджувану пробу до температури 35 — 40 $^\circ\text{C}$ на водяній бані (6.5). Обережно і ретельно її перемішують, щоб не спричинити піноутворення і збивання. Швидко охолоджують досліджувану пробу приблизно до 20 $^\circ\text{C}$. Досліджувані проби збитого молока не слід охолоджувати, оскільки, ці проби зважують за температури від 30 до 40 $^\circ\text{C}$ (див. 9.1).

Якщо однорідність досліджуваної проби може бути досягнута без попереднього нагрівання до 35 — 40 $^\circ\text{C}$ (наприклад, для проб знежиреного молока), треба застосовувати таку методику.

Досліджувану пробу доводять до температури 20 $^\circ\text{C}$. Ретельно перемішують до одержання однорідної суміші жиру в досліджуваній пробі. Не слід перемішувати занадто енергійно, щоб не викликати спінювання молока або збивання жиру.

Примітка. Не можна отримати точного результату під час визначення величини вмісту жиру:

а) якщо молоко збито;

б) коли відчутно специфічний запах вільних жирних кислот;

с) якщо під час або після підготування досліджуваної проби на стінках посудини із пробкою видно білі часточки, або коли на поверхні проби плавають крапельки жиру.

9 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБОВУВАННЯ

Примітка 1. Якщо необхідно перевірити чи дотримано межю збіжності (11.2) проводять два окремих випробовування відповідно до 9.1—9.4.

Примітка 2. Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру з сифонним або промивним патрубками (див. примітку до 6.6) зазначена в додатку В.

9.1 Досліджувана проба

Досліджувану пробу (розділ 8) перемішують, акуратно перевертаючи посудину три або чотири рази. Відразу, з точністю до 1 мг відважують 10—11 г досліджуваної проби безпосередньо в колбі для екстрагування жиру (6.6) або окремо.

Досліджувану пробу вміщують якомога повніше в нижній (маленький) відсік колби для екстрагування жиру.

9.2 «Сліпі» дослідження

9.2.1 «Сліпий» дослідження методу

«Сліпий» дослідження проводять одночасно з визначанням, використовуючи ту саму методику і ті самі реактиви, але досліджувану пробу в 9.4.1 замінюють 10 см³ води (див. А.2).

Якщо величина, отримана в «сліпому» дослідженні, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви (9.2.2). Виправлення більше ніж на 2,5 мг треба згадувати в протоколі випробовування.

9.2.2 «Сліпий» дослідження для реактивів

Щоб перевірити якість реактивів, проводять «сліпий» дослідження, як зазначено в 9.2.1. Додатково використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовлену, як зазначено в 9.3, щоб перевіряти масу. Реактиви не повинні залишати більше ніж 1,0 мг осаду (див. А.1).

Якщо осад реактивів «сліпого» дослідження в цілому перевищує 1,0 мг, визначають осад окремих розчинників дистиляцією 100 см³ діетилового ефіру (5.4) і петролейного ефіру (5.5), відповідно. Використовують посудину для збирання жиру, приготовану з метою контролювання, як описано вище, щоб визначити дійсну масу осаду, яка не повинна перевищувати 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, що затримуються в жирі. Якщо таке спостерігається, проводять «сліпий» дослідження з усіма реактивами і для кожного розчинника, використовуючи посудину для збирання жиру з 1 г безводного молочного жиру. За необхідності розчинники передистильовують у присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після повторного дистилювання.

Замінюють незадовільні реактиви, розчинники або передистильовують розчинники.

9.3 Готування посудини для збирання жиру

Висушують посудину для збирання жиру (6.9) разом з допоміжними матеріалами для кипіння (6.10) у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С протягом 1 год.

Примітка 1. Допоміжні матеріали для кипіння сприяють спокійному кипінню під час випарювання розчинників, особливо за використанням скляних посудин для збирання жиру; їх застосування не обов'язкове за використанням металевих чашок.

Посудині для збирання жиру, захищаючи від пилу, дають охолонути до кімнатної температури (для скляної посудини — не менше ніж 1 год, для металевої чашки — не менше ніж 30 хв).

Примітка 2. Посудину для збирання жиру не можна поміщати в ексікатор, щоб уникнути недостатнього або тривалого за часом охолодження.

Національна примітка

В Україні застосовують ексікатори.

Щипці (6.13) використовують, щоб установити посудину для збирання жиру на вагах. Посудину зважують з точністю до 1,0 мг.

Примітка 3. Щипці застосовують, щоб уникнути зміни температури.

9.4 Визначання

9.4.1 Визначання проводять без зволікання.

2 см³ розчину аміаку (5.1) додають до досліджуваної проби в колбі для екстрагування жиру (9.1), або використовують еквівалентний об'єм більш концентрованого розчину аміаку (див. примітку до 5.1). Ретельно перемішують з досліджуваною пробю в маленькому відсіку колби для екстрагування жиру.

9.4.2 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно та ретельно перемішують, дозволяючи вмісту колби для екстрагування жиру протікати між маленьким і великим відсіками. Не можна допускати, щоб рідина потрапляла занадто близько до горлечка колби. За необхідності додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

9.4.3 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають колбу для екстрагування жиру корком, насиченим водою, або пробкою з іншого матеріалу, яку змочують водою (6.6). Колбу інтенсивно струшують протягом 1 хв, спостерігаючи за тим, щоб не утворилося стійких емульсій.

Під час струшування колбу для екстрагування жиру тримають у горизонтальному положенні з маленьким відсіком, спрямованим вгору, періодично переливаючи рідину з великого відсіку в маленький. За необхідності охолоджують колбу у проточній воді приблизно до кімнатної температури. Обережно виймають корок або іншу пробку і промивають їх і горлечко колби невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб вся рідина стікла у колбу.

9.4.4 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають колбу для екстрагування жиру змоченим (зануреним у воду) корком або іншою пробкою. Знову акуратно перемішують протягом 30 с, як описано в 9.4.2. Продовжують струшувати, як описано в 9.4.3.

9.4.5 Закриту колбу для екстрагування жиру центрифугують (6.2) протягом 1—5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 g. Якщо центрифуга відсутня, закриту колбу ставлять у штатив (6.7) не менше ніж на 30 хв, поки шар, що спливає не стане прозорим і чітко не відокремиться від водяного шару. За необхідності охолоджують колбу у проточній воді до кімнатної температури.

9.4.6 Обережно виймають корок або іншу пробку, промивають її і внутрішню поверхню горлечка колби для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб увесь промивальний розчин стікав у колбу. Якщо поверхня розділу знаходиться нижче циліндричної частини колби, її піднімають трохи вище цього рівня, акуратно доливаючи воду по стінці колби (див. рисунок 1) для полегшення зливання розчинника.

Примітка. На рисунках 1 і 2 показано один із трьох типів колб для екстрагування жиру, описаних у ISO 3889, але це не дає будь-якої переваги над іншими типами.

9.4.7 Колбу для екстрагування жиру тримають за маленький відсік і акуратно зливають як найбільше шару, який спливає, в підготовлену посудину для збирання жиру (див. 9.3), яка містить декілька допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку використання вузькогорлої або конічної колби (не обов'язково з металевими чашками). Не допустимо зливання водяного шару (див. рисунок 2).

9.4.8 Промивають зовнішню поверхню горлечка колби для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Цю рідину зливають в посудину для збирання жиру. Не слід допускати розтікання змішаного розчинника по зовнішній поверхні колби для екстрагування жиру. За необхідності розчинник або його частину видаляють з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.12.

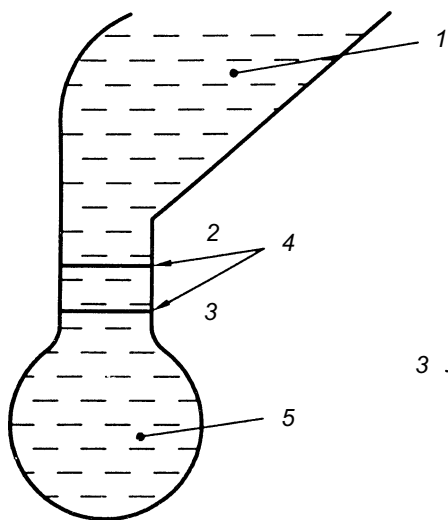
9.4.9 Додають 5 см³ етилового спирту (5.2) до вмісту колби для екстрагування жиру. Використовуючи етиловий спирт, обполіскують внутрішню частину горлечка колби і перемішують, як описано в 9.4.2.

9.4.10 Проводять друге екстрагування, повторюючи операції, описані в 9.4.3—9.4.7 включно, тільки замість 25 см³ використовують 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром обполіскують внутрішню частину горлечка колби для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби акуратним додаванням води по стінці колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).

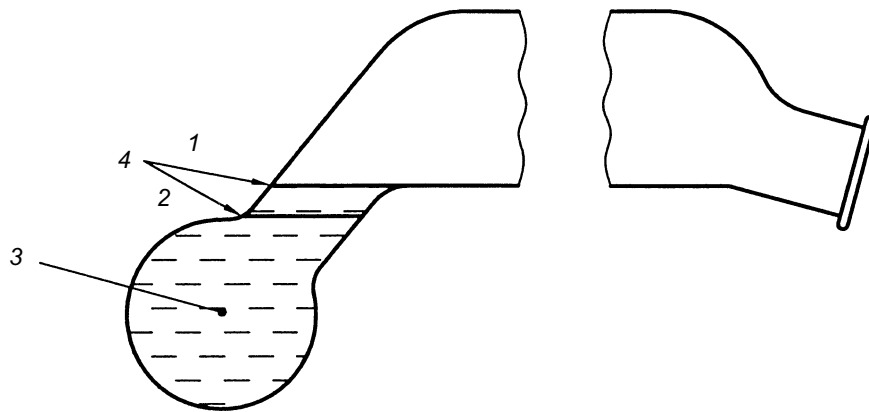
9.4.11 Проводять третє екстрагування без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в 9.4.3—9.4.7 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Знову діетиловим ефіром промивають внутрішню частину горлечка колби для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби, додаючи акуратно воду по стінці колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).



- 1 Розчинник
- 2 Під час другого і третього екстрагування
- 3 Під час першого екстрагування
- 4 Поверхня розділу
- 5 Водяний шар

Рисунок 1 — Перед зливанням



- 1 Під час другого і третього екстрагування
- 2 Під час першого екстрагування
- 3 Водяний шар
- 4 Поверхня розділу

Рисунок 2 — Після зливання

Примітка. Третє екстрагування для молока з вмістом жиру менше ніж 0,5 % можна не проводити.

9.4.12 Як можна повніше видаляють розчинники (разом з етиловим спиртом) з посудини для збирання жиру дистиляцією, якщо використовують вузькогорлу або конічну колбу, або випарюванням, якщо використовують хімічний стакан або чашку (6.3). Внутрішню частину горлечка конічної колби обполіскують невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6) перед дистиляцією.

9.4.13 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік в сушильну шафу (6.4) і нагрівають протягом 1 год за температури 102 °С, щоб випаровувався розчинник. Посудину для збирання жиру виймають з шафи і перевіряють, щоб жир був прозорий. Якщо жир не прозорий, можна припустити наявність сторонніх речовин, і тоді необхідно повторити всю процедуру. Якщо жир прозорий — посудину для збирання жиру, захищаючи від пилу, охолоджують (бажано не в ексікаторі) до кімнатної температури (скляну посудину — не менше ніж 1 год, металеву чашку — не менше ніж 30 хв).

Посудину для збирання жиру не слід витирати безпосередньо перед зважуванням. Щипцями (6.13) переносять посудину для збирання жиру на ваги. Зважування проводять з точністю до 1,0 мг.

9.4.14 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік і нагрівають ще 30 хв у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С, щоб випаровувався розчинник. Охолоджують і ще раз зважують, як описано в 9.4.13. За необхідності повторюють нагрівання і зважування доти, поки маса посудини для збирання жиру не зменшиться на 1,0 мг або менше, або збільшиться між двома послідовними зважуваннями. Записують найменшу масу, як масу посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини.

10 ОБЧИСЛЮВАННЯ І ОБРОБЛЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

10.1 Обчислювання

Вміст жиру в пробі обчислюють, використовуючи таку формулу:

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

де w_f — масова частка жиру в пробі, у відсотках;

m_0 — маса досліджуваної проби (9.1) у грамах;

m_1 — маса посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.14, у грамах;

m_2 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (9.3), у грамах;

m_3 — маса посудини для збирання жиру, яку використовували в «сліпому» досліді (9.2) і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.14, у грамах;

m_4 — маса посудини для збирання жиру (9.3), яку використовували в «сліпому» досліді (9.2), у грамах.

10.2 Оброблювання результатів

Результат округляють до другого знака після коми.

11 ТОЧНІСТЬ

11.1 Міжлабораторний метод

Подробиці міжлабораторного досліді, згідно з ISO 5725*, щодо точності методу опубліковані в [6] і [7].

Величини меж збіжності і відтворності виражені для вірогідності 95 % і не можна застосовувати до будь-яких інших діапазонів концентрацій, ніж наведені.

11.2 Збіжність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних дослідів, отриманими за використання того самого методу, на ідентичному досліджуваному матеріалі, у тій самій лабораторії, тим самим оператором на тому самому устаткуванні, протягом короткого проміжку часу, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати масову частку:

— 0,02 % — для молока сирого і технологічно обробленого;

— 0,02 % — для молока, з вмістом жиру від 0,5 % до 2,0 %;

— 0,01 % — для молока, з вмістом жиру нижче ніж 0,5 %.

11.3 Відтворність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних дослідів, отриманими у разі використання того самого методу, на ідентичному досліджуваному матеріалі, у різних лабораторіях, різними операторами, використовуючи різне устаткування, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати масову частку:

— 0,04 % — для молока сирого і технологічно обробленого;

— 0,03 % — для молока з вмістом жиру від 0,5 % до 2 %;

— 0,025 % — для молока з вмістом жиру нижче ніж 0,5 %.

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування повинен містити:

— всю інформацію, необхідну для повного ідентифікування проби;

— метод відбирання проб, який було використано, якщо він відомий;

— метод досліді, який було використано, разом з посиланням на цей стандарт;

— усі подробиці, не відбиті в цьому стандарті, або розглянуті, як необов'язкові, разом з деталями всіх подій, що можуть вплинути на результат досліді;

— внесене виправлення, якщо в «сліпому» досліді для методу отримана величина, що перевищує 2,5 мг;

— отриманий результат досліді; або, якщо була проведена збіжність, остаточний отриманий під час цього результат.

* ISO 5725:1986 (не є чинний) Було використано для інформації про точність.

ПРИМІТКА ДО ХОДУ ВИЗНАЧАННЯ**А.1 «Сліпий» дослід для перевіряння реактивів** (див. 9.2.2)

У цьому «сліпому» досліді треба використовувати посудину для збирання жиру, призначену для контролювання маси, для того, щоб зміни в температурному режимі кімнати, де проводять зважування, або температурні впливи посудини для збирання жиру не призвели до помилкових висновків щодо присутності або відсутності нелетких речовин в екстракті реактивів. Ця посудина для збирання жиру може бути використана, як противага у випадку ваг з двома чашками. У протилежному випадку відхилення уявної маси ($m_3 - m_4$ у 10.1) контрольної посудини для збирання жиру повинно бути розглянуте під час перевіряння маси посудини для збирання жиру, використаної в «сліпому» досліді. Отже, зміна уявної маси посудини для збирання жиру, скоригована на видиму зміну маси контрольної посудини для збирання жиру, не повинна показувати збільшення в масі більше ніж 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, які дуже затримуються у жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід з всіма реактивами, використовуючи для кожного розчинника посудину для збирання жиру з приблизно 1 г зневодненого молочного жиру. За необхідності варто передистилювати розчинники в присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після передистилювання.

А.2 «Сліпий» дослід, проведений одночасно з визначанням (див.9.2.1)

Величина, отримана в «сліпому» досліді, проведеному одночасно з визначанням, дозволяє скоригувати отриману масу речовини, екстрагованої з досліджуваної проби ($m_1 - m_2$), на присутність будь-яких нелетких речовин, отриманих з реактивів, а також на будь-які зміни в атмосферних умовах кімнати, де проводили зважування, і деякі розходження температур між посудиною для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, за двох зважувань (9.4.14 і 9.3).

За придатних умов (невеликі значення «сліпих» дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, достатній час охолодження посудини для збирання жиру) величина, як правило, буде менш ніж 1,0 мг і, отже, нею можна знехтувати під час обчислювання у випадку, звичайного визначання. Часто нехтують і дещо більшими величинами (позитивними і негативними) — до 2,5 мг. Після виправлення на ці величини результат буде усе ще точним. Коли виправлення буде більше ніж 2,5 мг, це повинно бути зазначено в протоколі випробування (розділ 12).

Якщо величина, отримана в цьому «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви. Будь-які нечисті реактиви повинні бути замінені або очищені (див. 9.2.2 і А.1).

А.3 Перевіряння на перекиси

Для проведення досліді на перекиси до 10 см³ діетилового ефіру додають 1 см³ свіжоприготованого розчину йодиду калію 100 г/дм³ у невеликому циліндрі зі скляною пробкою, попередньо промитою ефіром. Циліндр струшують і ставлять відстоятися на 1 хв. У шарі діетилового ефіру не повинен з'явитися жовтий колір.

Можна застосовувати інші придатні методи перевіряння на перекиси.

Щоб забезпечити чистоту і збережність чистоти ефіру від перекисів, принаймні, за 3 дні до використання, діетиловий ефір обробляють у такий спосіб.

Цинкову фольгу нарізають смужками, щоб вони діставали до середини пляшки, що містить діетиловий ефір; використовують приблизно 80 см² фольги на літр діетилового ефіру.

Перед використанням смужки фольги повністю занурюють на 1 хв у розчин, що містить 10 г 5-водного сульфату міді (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) і 98%-ву сірчану кислоту, концентрацією 2 см³/дм³.

Акуратно, але ретельно смужки миють водою, вміщують їх вологі покриті міддю, у пляшку з діетиловим ефіром і там залишають.

Можуть бути використані інші методи за умови, що вони не впливають на результат визначання.

А.4 Діетиловий ефір, що містить антиоксиданти

У деяких країнах застосовують особливо для визначань жиру діетиловий ефір, що містить близько 1 мг антиоксиданту на кілограм. Такий вміст унеможлиблює його застосовування в контрольних методах.

В інших країнах застосовують діетиловий ефір з більше ніж високим вмістом антиоксиданту, наприклад, до 7 мг/кг. Такий ефір може бути використаний лише в звичайних визначаннях з обов'язковим «сліпим» дослідом, що проводять одночасно з визначанням з метою виправлення систематичних помилок, що виникають через антиоксидантний осад. Для контрольних цілей такий ефір треба перед використанням завжди здистильовувати.

А.5 Етиловий спирт

Етиловий спирт, зденатурований інакше, ніж додаванням метилового спирту, може бути використаний лише за умови, що речовина, якою денатують, не вплине на результат визначання.

ДОДАТОК В (довідковий)

АЛЬТЕРНАТИВНА МЕТОДИКА З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ПРОБІРОК ДЛЯ ЕКСТРАГУВАННЯ ЖИРУ ІЗ СИФОННИМ АБО ПРОМИВНИМ ПАТРУБКАМИ

В.1 Загальні положення

Якщо використовують пробірки для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками, варто виконувати процедуру, описану в цьому додатку. Пробірки повинні мати корки або інші якісні пробки, як визначено для колб у 6.6 (див. рисунок В.1, як приклад).

В.2 Процедура

В.2.1 Готування досліджуваної проби

Див. розділ 8.

В.2.2 Досліджувана проба

Далі виконують, як описано в 9.1, але використовуючи пробірки для екстрагування жиру (див. примітку в 6.6 і рисунок В.1).

Досліджувана проба повинна бути перенесена, як можна повніше на дно пробірки для екстрагування жиру.

В.2.3 «Сліпий» дослід

Як зазначено в 9.2 і А.2.

В.2.4 Підготування посудини для збирання жиру

Як зазначено в 9.3.

В.2.5 Визначання

В.2.5.1 Визначання проводять без затримки.

Додають 2 см³ аміачного розчину (5.1) до досліджуваної проби в пробірці для екстрагування жиру (В.2.2) або той самий об'єм концентрованого аміачного розчину (див. примітка до 5.1). Ретельно перемішують з підготовленою дослідженою пробєю на дні пробірки для екстрагування жиру.

В.2.5.2 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно, але ретельно перемішують із сумішшю на дні пробірки для екстрагування жиру. За необхідності додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

В.2.5.3 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають пробірку для екстрагування жиру корком, насиченим водою, або пробкою з іншого матеріалу, яку змочують водою, (6.6). Пробірку інтенсивно струшують з повторюваними перекиданнями протягом 1 хв, щоб уникнути утворення стійкої емульсії. За необхідності охолоджують пробірку у проточній воді. Обережно вийнявши корок або іншу пробку, обполіскують їх і горлечко пробірки невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб рідина стікала в пробірку.

В.2.5.4 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають пробірку для екстрагування жиру заново змоченим (зануренням у воду) корком або іншою пробкою. Струшують акуратно протягом 30 с, як описано в В.2.5.3.

В.2.5.5 Закриту пробірку для екстрагування жиру центрифугують (6.2) протягом від 1 до 5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 *g*. Якщо немає центрифуги, закрити пробірку в штативі (6.7) залишають у спокої протягом, як мінімум 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко відділеним від водяного шару. За необхідності пробірку охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

В.2.5.6 Обережно виймають корок або іншу пробку та обполіскують їх і горлечко пробірки для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Скляну промивалку (6.8) використовують так, щоб рідина скла в пробірку.

В.2.5.7 У пробірку для екстрагування жиру вставляють сифонний або промивний патрубок. Уштовхують довгий внутрішній стрижень патрубка, поки вхідний отвір не буде приблизно на 4 мм вище поверхні розділу між шарами. Внутрішній стрижень патрубка повинен бути паралельним з віссю пробірки для екстрагування жиру.

Обережно переміщують шар, що спливає із пробірки в посудину для збирання жиру (див. 9.3), що містить трохи допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку вузькогорлої або конічної колби (необов'язково для металевих чашок). Варто уникати переміщення водяного шару. Обполіскують випускний отвір патрубка невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи рідину в посудину для збирання жиру.

Примітка. Шар, що спливає, може бути переміщений із пробірки для екстрагування жиру за допомогою, наприклад, гумової кульки, прикріпленої до короткого стрижня для створення тиску.

В.2.5.8 Патрубок у горлечку пробірки для екстрагування жиру послабляють. Потім злегка його піднімають і обполіскують нижню частину його довгого внутрішнього стрижня невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Опускають і заново вставляють патрубок, переміщуючи рідину в посудину для збирання жиру.

Знову обполіскують випускний отвір патрубка невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи рідину в посудину для збирання жиру. За необхідності видаляють розчинник, або його частину, з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.13.

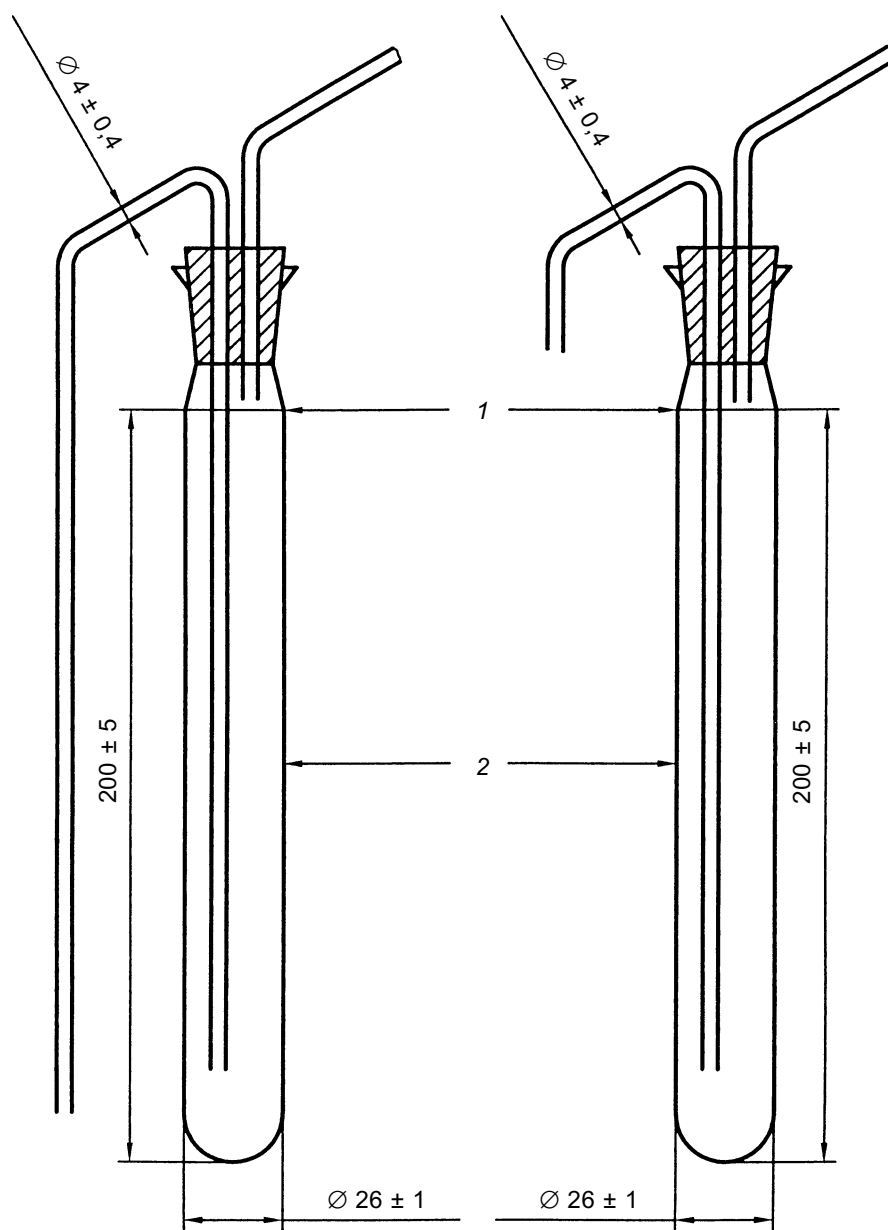
В.2.5.9 Знову послабляють патрубок у горлечку. Злегка піднявши патрубок, додають 5 см³ етилового спирту до вмісту пробірки для екстрагування жиру. Етиловим спиртом обполіскують довгий внутрішній стрижень патрубка. Перемішують, як описано в В.2.5.2.

В.2.5.10 Проводять друге екстрагування, як описано в В.2.5.3—В.2.5.8. Замість 25 см³ використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Довгий внутрішній стрижень патрубка обполіскують діетиловим ефіром, виймаючи патрубок із пробірки для екстрагування жиру, після попереднього екстрагування.

В.2.5.11 Проводять третє екстрагування, без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в В.2.5.3—В.2.5.8. Знову використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру і 15 см³ петролейного ефіру. Діетиловим ефіром обполіскують довгий внутрішній стрижень, як описано в В.2.5.10.

Примітка. Третє екстрагування можна не проводити для молока з вмістом жиру менше ніж 0,5 %.

В.2.5.12 Виконують усе, як описано в 9.4.12—9.4.14.



а) з сифонним патрубком

б) з промивним патрубком

1 — Місткість до цього рівня з вийнятим патрубком (105 ± 5) см³

2 — Товщина стінок ($1,5 \pm 0,5$) мм.

Рисунок В.1 — Приклади пробірок для екстрагування жиру

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 707 Milk and milk products — Guidance on sampling
- 2 ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- 3 ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definition
- 4 ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility for a standard measurement method
- 5 ISO 7208 Skimmed milk, whey and buttermilk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)
- 6 AOAC International Interlaboratory Study. J. AOAC, 71, 898 (1988)
- 7 International Dairy Federation. Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed., No. 235, 1988.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

- 1 ISO 707 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб
Стандарт прийнятий як національний ДСТУ ISO 707:2002
- 2 ISO 5725:1986 Точність методів вимірювання. Визначання збіжності та відтворності для стандартного методу вимірювання у міжлабораторних вимірюваннях
- 3 ISO 5725-1:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Загальні принципи і визначання
- 4 ISO 5725-2:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів дослідження. Частина 2. Базовий метод визначення збіжності та відтворності для стандартного методу випробування
- 5 ISO 7208 Молоко знежирене, сироватка та маслянка. Гравіметричний метод визначання вмісту жиру (контрольний метод)
Стандарт прийнятий як національний ДСТУ ISO 7208:2002
- 6 AOAC Міжнародні Міжлабораторні дослідження J.AOAC,71,898 (1988)
- 7 Міжнародна Молочна Федерація. Спільні міжлабораторні дослідження. Другий випуск. № 235, 1988.

67.100.10

Ключові слова: молоко, гравіметричний метод, вміст жиру, досліджувана проба, екстрагування жиру, арбітражний метод.



ДСТУ ISO 1737:2002

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**МОЛОКО ЗГУЩЕНЕ БЕЗ ЦУКРУ
ТА МОЛОКО ЗГУЩЕНЕ З ЦУКРОМ**

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)
(ISO 1737:1999, IDT)

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Г. Єресько**, д-р техн. наук; **М. Яцюта**, канд. техн. наук; **М. Міщенко**; **О. Козаченко**; **С. Вербицький**; **П. Лопата**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держстандарту України від 18 вересня 2002 р. № 513 з 2003–10–01

3 Стандарт відповідає ISO 1737:1999 Evaporated milk and sweetened condensed milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Молоко згущене без цукру та молоко згущене з цукром. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод (Арбітражний метод))

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	1
4 Суть методу	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура	2
7 Відбирання проб	3
8 Готування досліджуваної проби	3
9 Проведення випробування	4
10 Обчислювання і оброблювання результатів	7
11 Точність	7
12 Протокол випробування	8
Додаток А Примітка до ходу визначання	8
Додаток В Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками	9
Бібліографія	13

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 1737:1999 Evaporated milk and sweetened condensed milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Молоко згущене без цукру та молоко згущене з цукром. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод (Арбітражний метод))

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, є ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює гравіметричний (контрольний) метод для визначання вмісту жиру в згущеному молоці без цукру та згущеному молоці з цукром.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- змінено назву стандарту;
- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;
- одиниці фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI);
- до розділу 2 «Нормативні посилання» та до розділу «Бібліографія» подано «Національне пояснення» щодо перекладу назв стандартів українською мовою;
- до розділу 5 «Реактиви» подано «Національні примітки» щодо використання води здистильованої згідно з чинним в Україні ГОСТ 6709–72 «Вода дистиллированная. Технические условия» та терміна «контрольний дослід»;
- до розділу 7 «Відбирання проб» подано «Національну примітку», щодо чинних в Україні стандартів з відбирання проб;
- до розділу 9 «Проведення випробування» внесено «Національну примітку», де наведена інформація стосовно застосування ексікаторів для охолодження посудин для збирання жиру;
- «Національне пояснення» та «Національну примітку» в тексті стандарту виділено рамкою.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**МОЛОКО ЗГУЩЕНЕ БЕЗ ЦУКРУ
ТА МОЛОКО ЗГУЩЕНЕ З ЦУКРОМ**

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)

**МОЛОКО СГУЩЕННОЕ БЕЗ САХАРА
И МОЛОКО СГУЩЕННОЕ С САХАРОМ**

Гравиметрический метод определения содержания жира
(Контрольный метод)

EVAPORATED MILK AND SWEETENED CONDENSED MILK

Gravimetric method for the determination of fat content
(Control method)

Чинний від 2003–10–01

ЗАУВАГА. Під час застосування цього стандарту використовують небезпечні матеріали, операції та устаткування. Цей стандарт не вказує на всі проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Відповідальність за забезпечення безпеки і правильність використання, а також за застосування необхідних обмежень перед впровадженням цього стандарту лежить на його користувачах.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначання вмісту жиру у всіх видах згущеного молока з цукром і без цукру (рідкого стерилізованого та концентрованого молока з цукром і без цукру).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO 3889 Milk and milk products — Determination of fat content — Mojonnier-type fat extraction flasks.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 3889 Молоко та молочні продукти. Визначання вмісту жиру. Колби Можоньє для екстрагування жиру.

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті застосовують такий термін з відповідним визначенням.

3.1 вміст жиру в згущеному молоці без цукру і згущеному молоці з цукром (*fat content of evaporated milk and sweetened condensed milk*)

Масова частка речовини, яку визначають методом, встановленим цим стандартом.

Примітка. Вміст жиру виражають як масову частку, у відсотках [раніше позначали як % (m/m)].

4 СУТЬ МЕТОДУ

Метод засновано на екстрагуванні діетиловим та петролейним ефірами аміачно-спиртового розчину досліджуваної проби. Потім дистиляцією або випарюванням розчинники видаляють і визначають масу екстрагованих речовин.

Примітка. Зазвичай його називають принципом Розе-Готліба.

5 РЕАКТИВИ

Використовують тільки якісні реактиви, якщо немає інших вказівок, і здистильовану або здемінералізовану воду, або воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

В Україні використовують воду здистильовану згідно з ГОСТ 6709.

Реактиви не повинні залишати помітного залишку після проведення описаного методу (див. 9.2.2).

5.1 Розчин аміаку з масовою часткою NH_3 приблизно 25 % ($\rho_{20} = 910 \text{ г/дм}^3$).

Примітка. Якщо немає в наявності розчину аміаку такої концентрації, можна використовувати більш концентрований розчин відомої концентрації (див. 9.4.2).

5.2 Етиловий спирт ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), або етиловий спирт зденатурований метиловим спиртом, з об'ємною часткою етилового спирту не менше ніж 94 % (див. А.5).

5.3 Розчин Конго червоного

Розчиняють 1 г Конго червоного у воді в мірній колбі з однією поділкою місткістю 100 см^3 (6.14). Доводять водою до поділки.

Примітка. Рекомендовано використовувати цей розчин, щоб більш чітко розрізнати поверхню розділу між розчинником і водяним шаром (див. 9.4.3). Можна використовувати і інші водорозчинні барвники за умови, що вони не перевертають результат визначання.

5.4 Діетиловий ефір ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) вільний від перекисів (див. А.3), що містить не більше ніж 2 мг/кг антиоксидантів і відповідає вимогам «сліпого» досліду (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний дослід».

Примітка. Використовування діетилового ефіру може призвести до небезпечної ситуації. Враховуючи вимоги безпеки проводять дослідження щодо заміни діетилового ефіру іншим реактивом за умови, що це не вплине на кінцевий результат визначання.

5.5 Петролейний ефір з точкою кипіння в межах від 30 до 60 °С або як еквівалент, пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) з точкою кипіння 36 °С, що задовольняє вимогам «сліпого» досліду (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Примітка. Використовувати пентан рекомендовано через його високу чистоту і стабільність.

5.6 Змішаний розчинник

Перед використанням змішують в однакових об'ємах діетиловий ефір (5.4) і петролейний ефір (5.5).

6 АПАРАТУРА

ЗАУВАГА. Внаслідок того, що метод визначання передбачає використання летких вогненебезпечних розчинників, вся електрична апаратура, що її використовують повинна відповідати нормам безпеки, під час застосування таких розчинників.

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема таке.

6.1 Аналітичні ваги з ціною поділки — 0,1 мг, що дозволяють зважувати від 1 мг.

6.2 Центрифуга, в яку встановлюють колби або пробірки для екстрагування жиру (6.6), з частотою обертання від 500 до 600 хв^{-1} і радіальним прискоренням від 80 до 90 g на віддаленому кінці колб або пробірок.

Примітка. Використовування центрифуги — не обов'язкове, але його рекомендують (див. 9.4.6).

6.3 Дистиляційний або випарний апарат — для дистилювання розчинників і етилового спирту з довгогорлих або конічних колб, або для випарювання з хімічних стаканів або чашок (див. 9.4.13) за температури, що не перевищує 100 °С.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням, з вентиляційними отворами, що повністю відкриваються, здатна підтримувати температуру $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ у всьому її робочому просторі.

Шафа повинна мати придатний термометр.

6.5 Водяна баня, що здатна підтримувати температуру від 30 до 40 $^\circ\text{C}$ і від 40 до 60 $^\circ\text{C}$.

6.6 Колби Можоньє для екстрагування жиру згідно з ISO 3889.

Примітка. Можливо також використовувати пробірки для екстрагування жиру, з сифонним або промивним патрубком, але в цьому випадку змінюється методика. Альтернативна методика зазначена в додатку В.

Колби для екстрагування жиру повинні бути забезпечені якісними корками або пробками з інших матеріалів [наприклад, силіконової гуми або політетрафторетилену (ПТФЕ)], нейтральних до реактивів, які застосовують. Корки повинні бути очищені діетиловим ефіром (5.4), витримані у воді за температури 60 $^\circ\text{C}$ або вище, не менше ніж 15 хв, після чого їх охолоджують у воді для того, щоб під час використання вони були насичені водою.

6.7 Штатив для колб для екстрагування жиру (пробірки) (6.6).

6.8 Скляна промивалка для використання змішаного розчинника (5.6).

Не слід використовувати пластмасову промивалку.

6.9 Посудини для збирання жиру, наприклад, довгогорлі колби (плоскодонні) місткістю від 125 до 250 cm^3 , конічні колби місткістю 250 cm^3 , або металеві чашки.

Металеві чашки плоскодонні з нержавіючої сталі діаметром від 80 до 100 мм і висотою приблизно 50 мм.

6.10 Допоміжні матеріали для кипіння: знежирений непористий фарфор або карбід кремнію (необов'язкові під час використання металевих чашок).

6.11 Мірні циліндри місткістю 5 і 25 cm^3 .

6.12 Піпетки градуйовані місткістю 10 cm^3 .

6.13 Щипці металеві для фіксування колб, хімічних стаканів і чашок.

6.14 Мірна колба з однією поділкою, місткістю 100 cm^3 .

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб не є частиною методу, описаного в цьому стандарті. Рекомендоване відбирання проб зазначено у ISO 707.

Національна примітка

В Україні чинний ДСТУ ISO 707 та ГОСТ 26809.

Важливо, щоб лабораторія отримала проби, які не були ушкоджені або зазнали змін під час транспортування або зберігання.

Проби з моменту їх відбирання зберігають за температури від 2 до 6 $^\circ\text{C}$. Якщо проби знаходяться в консервних банках, то їх зберігають закритими за температури нижче ніж 20 $^\circ\text{C}$.

8 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОЇ ПРОБИ

8.1 Молоко згущене без цукру

Посудину з пробою струшують і перевертають. Потім її відкривають і повільно переливають в іншу посудину для проби (з герметичною кришкою). Добре перемішують і послідовно переливають так, щоб жир та будь-який інший інгредієнт проби не залишився на стінках і дні першої посудини. Як можна повніше переміщують продукт в другу посудину.

Проби у консервних банках, в разі необхідності, не відкриваючи вміщують у водяну баню (6.5), відрегульовану на температуру від 40 до 60 $^\circ\text{C}$. Виймають і інтенсивно струшують кожні 15 хв. Через 2 год, виймають банку і дають охолонути до кімнатної температури.

Повністю видаляють кришку, ретельно перемішують пробу ложкою або шпателем. (Якщо жир відокремлюється, цю пробу не випробовують).

8.2 Молоко згущене з цукром

Посудину з пробєю відкривають і ретельно перемішують ложкою або шпателем. Роблять обертальні рухи вгору і вниз, щоб перемішувалися верхні шари з вмістом нижніх кутів посудини. Звертають увагу на те, щоб проба містила в собі все молоко, що могло налипнути на стінках і в торцях посудини. Переносять пробу як можна повніше в другу посудину для проб (з герметичною накривкою). Закривають другу посудину.

Проби у консервних банках, в разі необхідності, не відкриваючи вміщують у водяну баню (6.5), відрегульовану на температуру від 30 до 40 °С. Відкривають банку і зіскрібають усе молоко, що прилипло до її внутрішньої поверхні, потім переміщують у посудину, розміри якої достатні для ретельного перемішування, яке проводять до отримання однорідної маси.

Якщо проба знаходиться в м'якій тубі, відкривають тубу і перекладають вміст у банку. Потім цілком розрізають тубу і зіскрібають весь її вміст, що прилип до внутрішньої поверхні, після чого додають його до вмісту банки.

9 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБОВУВАННЯ

Примітка. Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру з сифонним або промивним патрубками (див. примітку до 6.6) зазначена в додатку В.

9.1 Досліджувана проба

Досліджувану пробу (розділ 8) перемішують, у випадку згущеного молока з цукром помішуванням або у випадку згущеного молока без цукру акуратно перевертаючи посудину три або чотири рази. негайно відважують з точністю до 1 мг 4 або 5 г досліджуваної проби згущеного молока без цукру, або від 2,0 до 2,5 г досліджуваної проби згущеного молока з цукром безпосередньо в колбі для екстрагування жиру (6.6) або окремо.

Досліджувану пробу вміщують якомога повніше в нижній (маленький) відсік колби для екстрагування жиру.

9.2 «Сліпі» досліді

9.2.1 «Сліпий» дослід методу

«Сліпий» дослід проводять одночасно з визначанням, використовуючи ту саму методику і ті самі реактиви, тільки досліджувану пробу в 9.4.1 замінюють 10 см³ води (див. А.2).

Якщо величина, отримана в «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви (9.2.2). Виправлення більше ніж на 2,5 мг треба згадувати в протоколі випробування.

9.2.2 «Сліпий» дослід для реактивів

Щоб перевірити якість реактивів, проводять «сліпий» дослід, як зазначено в 9.2.1. Додатково використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовлену, як зазначено в 9.3, з метою перевіряння маси. Реактиви не повинні залишати більше ніж 1,0 мг осаду (див. А.1).

Якщо осад реактивів «сліпого» досліді в цілому перевищує 1,0 мг, визначають осад окремих розчинників дистиляцією 100 см³ діетилового ефіру (5.4) і петролейного ефіру (5.5), відповідно. Використовують порожню посудину для збирання жиру, приготовану з метою контролювання, як описано вище, щоб визначити дійсну масу осаду, яка не повинна перевищувати 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, що затримуються в жирі. Якщо таке спостерігається, проводять «сліпий» дослід з усіма реактивами і для кожного розчинника, використовуючи посудину для збирання жиру з 1 г безводного молочного жиру. За необхідності розчинники передистильовують у присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після повторного дистилювання.

Замінюють незадовільні реактиви, розчинники або передистильовують розчинники.

9.3 Підготування посудини для збирання жиру

Висушують посудину для збирання жиру (6.9) разом з допоміжними матеріалами для кипіння (6.10) у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С протягом 1 год.

Примітка 1. Допоміжні матеріали для кипіння сприяють спокійному кипінню під час випарювання розчинників, особливо за використання скляних посудин для збирання жиру; їх застосування необов'язкове за використання металевих чашок.

Посудині для збирання жиру, захищаючи від пилу, дають охолонути до кімнатної температури (для скляної посудини — не менше ніж 1 год, для металевої чашки — не менше ніж 30 хв).

Примітка 2. Посудину для збирання жиру не можна поміщати в ексикатор, щоб уникнути недостатнього або тривалого за часом охолодження.

Національна примітка

В Україні застосовують ексикатори.

Щипці використовують, щоб установити посудину для збирання жиру на вагах. Посудину зважують з точністю до 1,0 мг.

Примітка 3. Щипці застосовують, щоб уникнути зміни температури.

9.4 Визначання

9.4.1 Визначання проводять без зволікання.

Воду з температурою близько 50 °С додають до досліджуваної проби в колбі для екстрагування жиру (9.1), щоб одержати загальний об'єм від 10 до 11 см³. Воду використовують для того, щоб змити досліджувану пробу на дно колби. Трохи струшують і злегка нагрівають на водяній бані (6.5), приблизно до 50 °С, до повного диспергування досліджуваної проби. Охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

9.4.2 2 см³ розчину аміаку (5.1) додають до досліджуваної проби в колбі для екстрагування жиру (9.4.1), або використовують еквівалентний об'єм більш концентрованого розчину аміаку (див. примітку до 5.1). Ретельно перемішують з досліджуваною пробю в маленькому відсіку колби для екстрагування жиру.

9.4.3 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно, але ретельно перемішують, дозволяючи вмісту колби для екстрагування жиру протікати туди і назад між її маленьким і великим відсіками. Не можна допускати, щоб рідина потрапляла занадто близько до горлечка колби. За необхідності додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

9.4.4 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають колбу для екстрагування жиру корком, насиченим водою, або пробкою з іншого матеріалу, яку змочують водою (6.6). Колбу інтенсивно струшують протягом 1 хв, спостерігаючи за тим, щоб не утворилося стійких емульсій.

Під час струшування колбу для екстрагування жиру тримають у горизонтальному положенні з маленьким відсіком, спрямованим вгору, періодично переливаючи рідину з великого відсіку в маленький. За необхідності охолоджують колбу у проточній воді приблизно до кімнатної температури. Обережно виймають корок або іншу пробку і промивають їх і горлечко колби невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб вся рідина стікла у колбу.

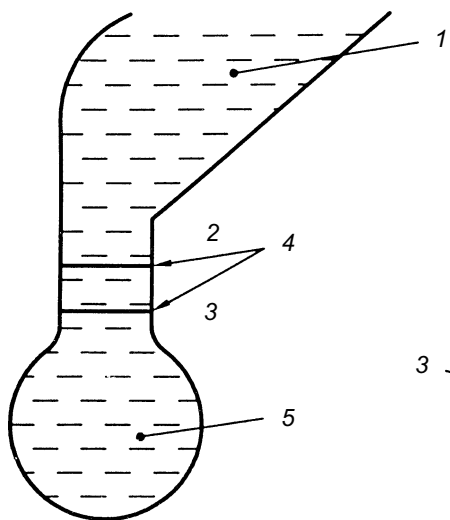
9.4.5 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають колбу для екстрагування жиру змоченим (зануренням у воду) корком або іншою пробкою. Акуратно перемішують колбу протягом 30 с, як описано в 9.4.3. Продовжують струшувати, як описано в 9.4.4.

9.4.6 Закриту колбу для екстрагування жиру центрифугують від 1 до 5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 *g*. Якщо центрифуга відсутня, закриту колбу ставлять у штатив (6.7) відстоятися близько 30 хв, поки шар, що спливає не стане прозорим і чітко не відокремиться від водяного шару. За необхідності охолоджують колбу у проточній воді до кімнатної температури.

9.4.7 Обережно виймають корок або іншу пробку, промивають їх і внутрішню поверхню горлечка колби для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб увесь промивальний розчин стікав в колбу. Якщо поверхня розділу знаходиться нижче циліндричної частини колби, її піднімають трохи вище цього рівня, акуратно доливаючи воду по стінці колби (див. рисунок 1) для полегшення зливання розчинника.

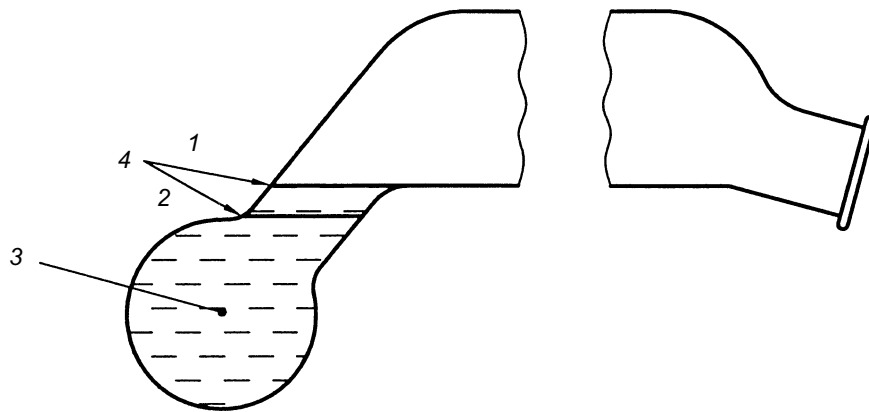
Примітка. На рисунках 1 і 2 показано один із трьох типів колб для екстрагування жиру, описаних у ISO 3889, але це не дає будь-якої переваги над іншими двома типами.

9.4.8 Колбу для екстрагування жиру тримають за маленький відсік і акуратно зливають якнайбільше шару, який сплив, в підготовлену посудину для збирання жиру (див. 9.3), яка містить декілька допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку використання вузькогогорлої або конічної колби (не обов'язково з металевими чашками). Не допустимо зливання водяного шару (див. рисунок 2).



- 1 Розчинник
- 2 Під час другого і третього екстрагування
- 3 Під час першого екстрагування
- 4 Поверхня розділу
- 5 Водяний шар

Рисунок 1 — Перед зливанням



- 1 Під час другого і третього екстрагування
- 2 Під час першого екстрагування
- 3 Водяний шар
- 4 Поверхня розділу

Рисунок 2 — Після зливання

9.4.9 Зовнішню поверхню горлечка колби для екстрагування жиру промивають невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Цю рідину зливають в посудину для збирання жиру. Не слід допускати розтікання змішаного розчинника по зовнішній поверхні колби для екстрагування жиру. За необхідності розчинник або його частину видаляють з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.13.

9.4.10 5 см³ етилового спирту (5.2) додають до вмісту колби для екстрагування жиру. Використовуючи етиловий спирт, обполіскують внутрішню частину горлечка колби і перемішують, як описано в 9.4.3.

9.4.11 Друге екстрагування проводять, повторюючи операції, описані в 9.4.4 — 9.4.8 включно, тільки замість 25 см³ використовують 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром також обполіскують внутрішню частину горлечка колби для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби, акуратно додаючи воду по стінці колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).

9.4.12 Третє екстрагування проводять без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в 9.4.4 — 9.4.8 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Знову діетиловим ефіром промивають внутрішню частину горлечка колби для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби, додаючи акуратно воду по стінці колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).

Примітка. Третє екстрагування для молока згущеного без цукру та молока згущеного з цукром з масовою часткою жиру менше ніж 1 % можна не проводити.

9.4.13 Як можна повніше видаляють розчинники (разом з етиловим спиртом) з посудини для збирання жиру дистиляцією, якщо використовують вузькогорлу або конічну колбу, або випаруванням, якщо використовують хімічний стакан або чашку (6.3). Внутрішню частину горлечка конічної колби обполіскують невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6) перед дистиляцією.

9.4.14 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік в сушильну шафу (6.4) і нагрівають протягом 1 год за температури 102 °С, щоб випарувався розчинник. Посудину для збирання жиру виймають з шафи і перевіряють, щоб жир був прозорий. Якщо жир не прозорий, можна припустити наявність сторонніх речовин, і тоді необхідно повторити всю процедуру. Якщо жир прозорий — посудину для збирання жиру, захищаючи від пилу, охолоджують (бажано не в ексікаторі) до кімнатної температури (скляну посудину — не менше ніж 1 год, металеву чашку — не менше ніж 30 хв).

Посудину для збирання жиру не слід витирати безпосередньо перед зважуванням. Щипцями переносять посудину для збирання жиру на ваги. Зважування проводять з точністю до 1,0 мг.

9.4.15 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік і ще нагрівають 30 хв у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С, щоб видалити пари розчинника. Охолоджують і ще раз зважують, як описано в 9.4.14. За необхідності повторюють нагрівання і зважування доти, поки маса посудини для збирання жиру не зменшиться на 1,0 мг або менше, або збільшиться між двома послідовними зважуваннями. Записують найменшу масу, як масу посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини.

10 ОБЧИСЛЮВАННЯ І ОБРОБЛЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

10.1 Обчислювання

Вміст жиру в пробі обчислюють за такою формулою:

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

де w_f — масова частка жиру в пробі, у відсотках;

m_0 — маса досліджуваної проби (9.1), у грамах;

m_1 — маса посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.15, у грамах;

m_2 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (9.3), у грамах;

m_3 — маса посудини для збирання жиру, яку використовували в «сліпому» досліді (9.2) і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.15, у грамах;

m_4 — маса посудини для збирання жиру (9.3), яку використовували в «сліпому» досліді (9.2), у грамах.

10.2 Вираження результатів

Результат округляють до другого знака після коми.

11 ТОЧНІСТЬ

11.1 Міжлабораторний метод

Подробиці міжлабораторного досліді, згідно з ISO 5725*, щодо точності методу опубліковані (див. [5]).

Величини меж збіжності і відтворності виражені для вірогідності 95 % і їх не можна застосовувати до будь-яких інших діапазонів концентрацій, ніж наведені.

11.2 Збіжність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних досліді, отриманими у разі використання того самого методу, на ідентичному досліджуваному матеріалі, у тій самій лабораторії, тим самим оператором на тому самому устаткованні, протягом короткого проміжку часу, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати масову частку:

— 0,02 % для продуктів з масовою часткою жиру ≤ 1 %;

— 0,03 % для продуктів з масовою часткою жиру від > 1 % до 4 %;

— 0,04 % для продуктів з масовою часткою жиру від > 4 % до < 10 %;

— 0,50 % жиру в досліджуваній пробі для продуктів з масовою часткою жиру ≥ 10 %.

* ISO 5725:1986 (не є чинний) Використано для інформації про точність.

11.3 Відтворність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних дослідів, отриманими у разі використання того самого методу, на ідентичном досліджуваному матеріалі, у різних лабораторіях, різними операторами, використовуючи різне устаткування, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати масову частку:

- 0,03 % для продуктів з масовою часткою жиру ≤ 1 %;
- 0,04 % для продуктів з масовою часткою жиру від > 1 % до 4 %;
- 0,06 % для продуктів з масовою часткою жиру від > 4 % до < 10 %;
- 1 % жиру в досліджуваній пробі для продуктів з масовою часткою жиру ≥ 10 %.

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробувань повинен містити:

- всю інформацію, необхідну для повного ідентифікування проби;
- метод відбирання проб, який використовували, якщо він відомий;
- метод досліду, який використовували, разом з посиланням на цей стандарт;
- усі подробиці проведення випробування, не відбиті в цьому стандарті, або розглянуті, як необов'язкові, разом з деталями всіх подій, що можуть вплинути на результат досліду;
- внесені виправлення, якщо в «сліпому» досліді для методу отримана величина, що перевищує 2,5 мг;
- отриманий результат досліду; або, якщо була проведена збіжність, остаточний отриманий під час цього результат.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ПРИМІТКА ДО ХОДУ ВИЗНАЧАННЯ

А.1 «Сліпий» дослід для перевіряння реактивів (див. 9.2.2)

У цьому «сліпому» досліді треба використовувати посудину для збирання жиру, призначену для контролювання маси, для того, щоб зміни в температурному режимі кімнати, де проводять зважування, або температурні впливи посудини для збирання жиру не призвели до помилкових висновків щодо присутності або відсутності нелетких речовин в екстракті реактивів. Ця посудина для збирання жиру може бути використана, як противага у випадку ваг з двома чашками. У протилежному випадку відхилення уявної маси ($m_3 - m_4$ у 10.1) контрольної посудини для збирання жиру повинно бути розглянуте під час перевіряння маси посудини для збирання жиру, використаної в «сліпому» досліді. Отже, зміна уявної маси посудини для збирання жиру, скоригована на видиму зміну маси контрольної посудини для збирання жиру, не повинна показувати збільшення в масі більше ніж 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, які дуже затримуються у жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід з всіма реактивами, використовуючи для кожного розчинника посудину для збирання жиру з приблизно 1 г зневодненого молочного жиру. За необхідності варто передистилювати розчинники в присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після передистилювання.

А.2 «Сліпий» дослід, проведений одночасно з визначанням (див. 9.2.1)

Величина, отримана в «сліпому» досліді, проведеному одночасно з визначанням, дозволяє скоригувати отриману масу речовини, екстрагованої з досліджуваної проби ($m_1 - m_2$), на присутність будь-яких нелетких речовин, отриманих з реактивів, а також на будь-які зміни в атмосферних умовах кімнати, де проводили зважування, і деякі розходження температур між посудиною для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, за двох зважувань (9.4.15 і 9.3).

За придатних умов (невеликі значення «сліпих» дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, достатній час охолодження посудини для збирання жиру) величина, як правило, буде менше ніж 1,0 мг і, отже, нею можна знехтувати під час обчислювань у випадку, звичайного визначання. Часто нехтують і дещо більшими величинами (позитивними і негативними) — до 2,5 мг. Після виправлення на ці величини результат буде усе ще точним. Коли виправлення буде більше ніж 2,5 мг, це повинно бути відбите в протоколі випробувань (розділ 12).

Якщо величина, отримана в цьому «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви. Будь-які нечисті реактиви повинні бути замінені або очищені (див. 9.2.2 і А.1).

А.3 Перевіряння на перекиси

Для проведення дослідів на перекиси до 10 см³ діетилового ефіру додають 1 см³ свіжоприготованого розчину йодиду калію 100 г/дм³ у невеликому циліндрі зі склянкою пробкою, попередньо промитою ефіром. Циліндр струшують і ставлять відстоятися на 1 хв. У шарі діетилового ефіру не повинен з'явитися жовтий колір.

Можна застосовувати інші придатні методи перевіряння на перекиси.

Щоб забезпечити чистоту і збережність чистоти ефіру від перекисів, принаймні, за 3 дні до використання, діетиловий ефір обробляють у такий спосіб.

Цинкову фольгу нарізають смужками, щоб вони діставали до середини пляшки, що містить діетиловий ефір; використовують приблизно 80 см² фольги на літр діетилового ефіру.

Перед використанням смужки фольги повністю занурюють на 1 хв у розчин, що містить 10 г 5-водного сульфату міді (II) (CuSO₄·5 H₂O) і 98%-ву сірчану кислоту, концентрацією 2 см³/дм³.

Акуратно, але ретельно смужки миють водою, вміщують їх вологі, покриті міддю, у пляшку з діетиловим ефіром і там залишають.

Можуть бути використані інші методи за умови, що вони не впливають на результат визначання.

А.4 Діетиловий ефір, що містить антиоксиданти

У деяких країнах застосовують діетиловий ефір, що містить приблизно 1 мг антиоксиданту на кілограм, особливо для визначань жиру.

Такий вміст унеможлиблює його застосовування в контрольних методах.

В інших країнах застосовують діетиловий ефір з більше ніж високим вмістом антиоксиданту, наприклад, до 7 мг/кг. Такий ефір може бути використаний лише в звичайних визначаннях з обов'язковим «сліпим» дослідом, що проводять одночасно з визначанням з метою виправлення систематичних помилок, що виникають через антиоксидантний осад. Для контрольних цілей такий ефір треба перед використанням завжди здистильовувати.

А.5 Етиловий спирт

Етиловий спирт, зденатурований інакше, ніж додаванням метилового спирту, може бути використаний лише за умови, що речовина, якою денатурують, не вплине на результат визначання.

ДОДАТОК В (довідковий)

АЛЬТЕРНАТИВНА МЕТОДИКА З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ПРОБІРОК ДЛЯ ЕКСТРАГУВАННЯ ЖИРУ ІЗ СИФОННИМ АБО ПРОМИВНИМ ПАТРУБКАМИ

В.1 Загальні положення

Якщо використовують пробірки для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками, варто виконувати процедуру, описану в цьому додатку. Пробірки повинні мати корки або інші якісні пробки, як визначено для колб у 6.6 (див. рисунок В.1, як приклад).

В.2 Процедура

В.2.1 Готування досліджуваної проби

Див. розділ 8.

В.2.2 Досліджувана проба

Далі виконують, як описано в 9.1, але використовуючи пробірки для екстрагування жиру (див. примітку в 6.6 і рисунок В.1). Досліджувана проба повинна бути перенесена, як можна повніше, на дно пробірки для екстрагування жиру.

В.2.3 «Сліпий» дослід

Як зазначено в 9.2 і А.2.

В.2.4 Готування посудини для збирання жиру

Як зазначено в 9.3.

В.2.5 Визначання

В.2.5.1 Визначання проводять без затримки.

У досліджувану пробу в пробірці (В.2.2) для екстрагування жиру додають воду з температурою приблизно 50 °С, щоб одержати загальний об'єм від 10 до 11 см³. Воду використовують для того, щоб змити досліджувану пробу на дно пробірки. Трохи струшують і злегка нагрівають на водяній бані (6.5), приблизно до 50 °С, до повного диспергування досліджуваної проби.

Охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

В.2.5.2 Додають 2 см³ аміачного розчину (5.1) до досліджуваної проби в пробірці для екстрагування жиру (В.2.5.1) або той самий обсяг концентрованого аміачного розчину (див. примітка до 5.1). Ретельно перемішують з підготовленою дослідженою пробою на дні пробірки для екстрагування жиру.

В.2.5.3 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно, але ретельно перемішують із сумішшю на дні пробірки для екстрагування жиру. За необхідності додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

В.2.5.4 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають пробірку для екстрагування жиру корком, насиченим водою, або пробкою з іншого матеріалу, яку змочують водою, (6.6). Пробірку інтенсивно струшують з повторюваними перекиданнями протягом 1 хв, щоб уникнути утворення стійкої емульсії. За необхідності охолоджують пробірку у проточній воді. Обережно вийнявши корок або іншу пробку, обполіскують їх і горлечко пробірки невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоб рідина стікала в пробірку.

В.2.5.5 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають пробірку для екстрагування жиру заново змоченим (зануреним у воду) корком або іншою пробкою. Струшують акуратно пробірку протягом 30 с, як описано в В.2.5.4.

В.2.5.6 Закриту пробірку для екстрагування жиру центрифугують (6.2) протягом від 1 до 5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 g. Якщо немає центрифуги, закриту пробірку в штативі (6.7) залишають у спокої протягом, як мінімум 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко відділеним від водяного шару. За необхідності пробірку охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

В.2.5.7 Обережно виймають корок або іншу пробку та обполіскують їх і горлечко пробірки для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Скляну промивалку (6.8) використовують так, щоб рідина стекла в пробірку.

В.2.5.8 У пробірку для екстрагування жиру вставляють сифонний або промивний патрубок. Уштовхують довгий внутрішній стрижень патрубку, поки вхідний отвір не буде приблизно на 4 мм вище поверхні розділу між шарами. Внутрішній стрижень патрубку повинен бути паралельним з віссю пробірки для екстрагування жиру.

Обережно переміщують шар, що спливає із пробірки в посудину для збирання жиру (9.3), що містить трохи допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку вузькогорлої або конічної колби (необов'язково для металевих чашок). Варто уникати переміщення водяного шару. Обполіскують випускний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи рідину в посудину для збирання жиру.

Примітка. Шар, що сплив, може бути переміщений із пробірки для екстрагування жиру за допомогою, наприклад, гумової кульки, прикріпленої до короткого стрижня для створення тиску.

В.2.5.9 Патрубок у горлечку пробірки для екстрагування жиру послабляють. Потім злегка його піднімають і обполіскують нижню частину його довгого внутрішнього стрижня невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Опускають і заново вставляють патрубок, зливаючи рідину в посудину для збирання жиру.

Знову обполіскують випускний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи рідину в посудину для збирання жиру. За необхідності видаляють розчинник, або його частину, з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.13.

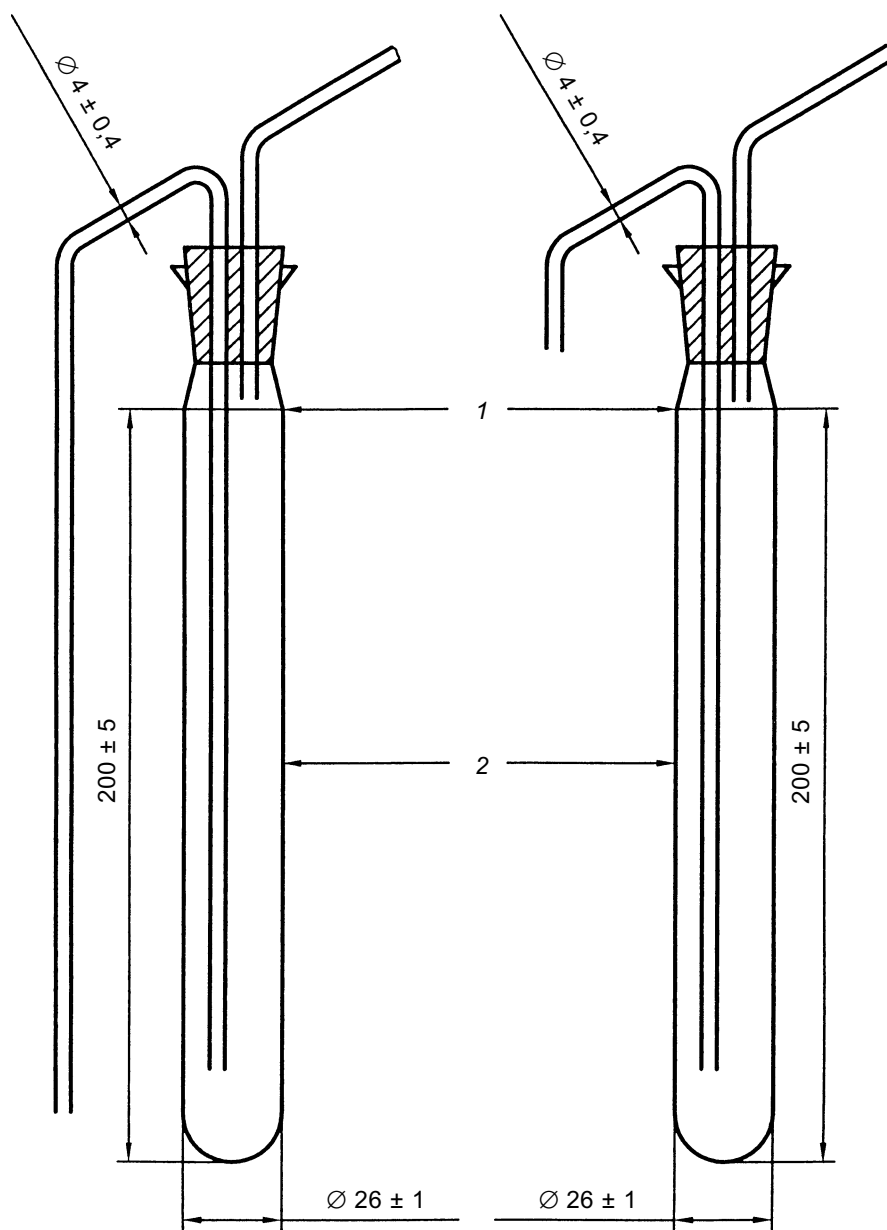
В.2.5.10 Знову послабляють патрубок у горлечку. Злегка піднявши патрубок, додають 5 см³ етилового спирту до вмісту пробірки для екстрагування жиру. Етиловим спиртом обполіскують довгий внутрішній стрижень патрубку. Перемішують, як описано в В.2.5.3.

В.2.5.11 Проводять друге екстрагування, як описано в В.2.5.4—В.2.5.10. Замість 25 см³ використовують 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Довгий внутрішній стрижень патрубку обполіскують діетиловим ефіром, виймаючи патрубок із пробірки для екстрагування жиру, після попереднього екстрагування.

В.2.5.12 Проводять третє екстрагування, без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в В.2.5.4—В.2.5.10. Знову використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру і 15 см³ петролейного ефіру. Діетиловим ефіром обполіскують довгий внутрішній стрижень, як описано в В.2.5.11.

Примітка. Третє екстрагування можна не проводити для молока згущеного без цукру та молока згущеного з цукром з масовою часткою жиру менше ніж 1 %.

В.2.5.13 Виконують усе, як описано в 9.4.13—9.4.15.



а) з сифонним патрубком

б) з промивним патрубком

1 — Місткість до цього рівня з вийнятим патрубком $(105 \pm 5) \text{ см}^3$

2 — Товщина стінок $(1,5 \pm 0,5) \text{ мм}$.

Рисунок В.1 — Приклади пробірок для екстрагування жиру

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 707 Milk and milk products — Guidance on sampling
- 2 ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- 3 ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definition
- 4 ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility for a standard measurement method
- 5 International Dairy Federation. Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed., No. 235, 1988.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

- 1 ISO 707 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб
Стандарт прийнятий як національний ДСТУ ISO 707
- 2 ISO 5725:1986 Точність методів вимірювання. Визначання збіжності та відтворності для стандартного методу вимірювання у міжлабораторних вимірюваннях
- 3 ISO 5725-1:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Загальні принципи і визначання
- 4 ISO 5725-2:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів дослідження. Частина 2. Базовий метод визначання збіжності та відтворності для стандартного методу випробування
- 5 Міжнародна Молочна Федерація. Спільні міжлабораторні дослідження. Другий випуск. № 235, 1988.

67.100.10

Ключові слова: молоко згущене без цукру, молоко згущене з цукром, гравіметричний метод, вміст жиру, досліджувана проба, екстрагування жиру, арбітражний метод.



ДСТУ ISO 7208:2002

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ЗНЕЖИРЕНЕ, СИРОВАТКА ТА МАСЛЯНКА

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)
(ISO 7208:1999, IDT)

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Г. Єресько**, д-р техн. наук; **М. Яцюта**, канд. техн. наук; **М. Міщенко**; **О. Козаченко**; **С. Вербицький**; **П. Лопата**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держстандарту України від 18 вересня 2002 р. № 513 з 2003–10–01

3 Стандарт відповідає ISO 7208:1999 Skimmed milk, whey and buttermilk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Молоко знежирене, сироватка та маслянка. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод (Арбітражний метод))

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	с.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	2
4 Суть методу	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура	2
7 Відбирання проб	3
8 Готування досліджуваної проби	3
9 Проведення випробовування	4
10 Обчислювання і оброблювання результатів	7
11 Точність	7
12 Протокол випробування	7
Додаток А Примітка до ходу визначання	8
Додаток В Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками	9
Бібліографія	12

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 7208:1999 Skimmed milk, whey and buttermilk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Молоко знежирене, сироватка та маслянка. Визначання вмісту жиру. Гравіметричний метод (Арбітражний метод)).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, є ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює гравіметричний (контрольний) метод для визначання вмісту жиру в молоці знежиреному, сироватці та маслянці.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- змінено назву стандарту;
 - слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
 - структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;
 - одиниці фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI);
 - до розділу 2 «Нормативні посилання» та розділу «Бібліографія» подано «Національне пояснення» щодо перекладу назв стандартів українською мовою;
 - до розділу 5 «Реактиви» внесено «Національні примітки» щодо використання води здистильованої згідно з чинним в Україні ГОСТ 6709–72 «Вода дистиллированная. Технические условия» та терміна «контрольний дослід»;
 - до розділу 7 «Відбирання проб» подано «Національну примітку» щодо чинних в Україні стандартів з відбирання проб;
 - до розділу 9 «Проведення випробовування» внесено «Національну примітку», де наведена інформація стосовно застосування ексікаторів для охолодження посудин для збирання жиру;
 - «Національне пояснення» та «Національну примітку» в тексті стандарту виділено рамкою;
- Метод, встановлений цим стандартом, рекомендовано використовувати як контрольний.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ЗНЕЖИРЕНЕ, СИРОВАТКА ТА МАСЛЯНКА

Гравіметричний метод визначання вмісту жиру
(Контрольний метод)

МОЛОКО ОБЕЗЖИРЕННЕ, СЫВОРОТКА И ПАХТА

Гравіметрический метод определения содержания жира
(Контрольный метод)

SKIMMED MILK, WHEY AND BUTTERMILK

Gravimetric method for the determination of fat content
(Control method)

Чинний від 2003–10–01

ЗАУВАГА. Застосування цього стандарту містить у собі використання небезпечних матеріалів, дій і устаткування. Цей стандарт не вказує на всі проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Відповідальність за забезпечення безпеки і правильність використання, а також за застосування необхідних обмежень перед впровадженням цього стандарту лежить на його користувачах.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначання вмісту жиру в рідкому знежиреному молоці, сироватці і маслянці. Це дуже точний гравіметричний метод, зокрема, для визначання ефективності роботи сепараторів відокремлювачів вершків.

Цей стандарт також встановлює контрольний метод для складання коригувальних таблиць, які застосовують для аналізування знежиреного молока бутірометрами.

Національна примітка

В Україні використовують термін «жиромір».

Примітка. Якщо не потрібна висока точність визначання, може бути застосовано метод згідно з ISO 1211.

Національна примітка

В Україні чинний ДСТУ ISO 1211.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO 3889 Milk and milk products — Determination of fat content — Mojonnier-type fat extraction flasks.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 3889 Молоко та молочні продукти. Визначання вмісту жиру. Колби Можоньє для екстрагування жиру.

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті застосовано такий термін з відповідним визначенням:

3.1 вміст жиру в знежиреному молоці, сироватці та маслянці (*fat content of skimmed milk, whey and buttermilk*)

Масова частка жиру, яку визначають за методикою, встановленою в цьому стандарті.

Примітка. Вміст жиру виражають як масову частку, у відсотках [раніше позначали як % (m/m)].

4 СУТЬ МЕТОДУ

Метод заснований на екстрагуванні діетиловим та петролейним ефірами аміачно-спиртового розчину досліджуваної проби. Потім дистиляцією або випарюванням розчинники видаляють і визначають масу екстрагованих речовин.

Примітка. Зазвичай його називають принципом Розе-Готліба.

5 РЕАКТИВИ

Використовують тільки якісні реактиви, якщо немає інших вказівок, і здистильовану або здемінералізовану воду, або воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

В Україні використовують воду здистильовану згідно з ГОСТ 6709.

Реактиви не повинні залишати помітного залишку після проведення описаного методу (див. 9.2.2).

5.1 Розчин аміаку з масовою часткою NH_3 приблизно 25 % ($\rho_{20} = 910 \text{ г/дм}^3$).

Примітка. Якщо немає в наявності розчину аміаку такої концентрації, можливо використовувати більш концентрований розчин відомої концентрації (див. 9.4.1).

5.2 Етиловий спирт ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), або етиловий спирт зденатурований метиловим спиртом, з об'ємною часткою етилового спирту, не менше ніж 94 % (див. А.5).

5.3 Розчин Конго червоного

Розчиняють 1 г Конго червоного у воді в мірній колбі з однією поділкою місткістю 100 см^3 (6.14). Доводять водою до поділки.

Примітка. Рекомендовано використовувати цей розчин, щоб більш чітко розрізнити поверхню розділу між розчинником і водяним шаром (див. 9.4.3). Можна використовувати і інші водорозчинні барвники за умови, що вони не перевертають результат визначання.

5.4 Діетиловий ефір ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) вільний від перекисів (див. А.3), що містить не більше ніж 2 мг/кг антиоксидантів і відповідає вимогам «сліпого» досліді (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний дослід».

Примітка. Використання діетилового ефіру може призвести до небезпечної ситуації. Враховуючи вимоги безпеки проводять дослідження щодо заміни діетилового ефіру іншим реактивом за умови, що це не вплине на кінцевий результат визначання.

5.5 Петролейний ефір з точкою кипіння в межах від 30 до 60 °С або як еквівалент, пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) з точкою кипіння 36 °С, що задовольняє вимогам «сліпого» досліді (див. 9.2.2, А.1 і А.4).

Примітка. Використовувати пентан рекомендовано через його високу чистоту і стабільність.

5.6 Змішаний розчинник

Перед використанням змішують в однакових об'ємах діетиловий ефір (5.4) і петролейний ефір (5.5).

6 АПАРАТУРА

ЗАУВАГА. Внаслідок того, що метод визначання передбачає використання легких вогнєнебезпечних розчинників, вся електрична апаратура, яку використовують повинна відповідати нормам безпеки, під час застосування таких розчинників.

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема таке:

6.1 Аналітичні ваги з ціною найменшої поділки 0,1 мг, що дозволяють зважувати від 1 мг.

6.2 Центрифуга, в яку можна помістити колби або пробірки для екстрагування жиру (6.6), з частотою обертання від 500 до 600 хв⁻¹ і радіальним прискоренням від 80 до 90 g на зовнішньому краї колби або пробірки.

Примітка. Використовування центрифуги не обов'язкове, але його рекомендують (див. 9.4.6).

6.3 Дистиляційний або випарний апарат — для дистилювання розчинників і етилового спирту з довгогорлих або конічних колб, або для випарювання з хімічних стаканів або чашок (див. 9.4.13) за температури, що не перевищує 100 °С.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням, з вентиляційними отворами, що повністю відкриваються, здатна підтримувати температуру (102 ± 2) °С у всьому її робочому просторі.

Шафа повинна бути забезпечена відповідним термометром.

6.5 Водяна баня, що здатна підтримувати температуру від 35 до 40 °С.

6.6 Колби Можоньє для екстрагування жиру згідно з ISO 3889.

Примітка. Можливо також використовувати пробірки для екстрагування жиру, з сифонним або промивним патрубком, але в цьому випадку змінюється методика. Альтернативна методика зазначена в додатку В.

Колби для екстрагування жиру повинні бути забезпечені якісними корками або пробками з інших матеріалів [наприклад, силіконової гуми або політетрафторетилену (ПТФЕ)], нейтральних до реактивів, які застосовують. Корок повинен бути очищений діетиловим ефіром (5.4), витриманий у воді за температури 60 °С або вище, не менше ніж 15 хв, після чого їх охолоджують у воді для того, щоб під час використання вони були насичені водою.

6.7 Штатив для колб для екстрагування жиру (пробірок) (6.6).

6.8 Скляна промивалка для використання змішаного розчинника (5.6).

Не слід використовувати пластмасову промивалку.

6.9 Посудини для збирання жиру, наприклад, довгогорлі колби (плоскодонні) місткістю від 125 до 250 см³, конічні колби місткістю 250 см³, або металеві чашки.

Металеві чашки плоскодонні з нержавіючої сталі діаметром від 80 до 100 мм і висотою приблизно 50 мм.

6.10 Допоміжні матеріали для кипіння: знежирений непористий фарфор або карбід кремнію (необов'язкові під час використання металевих чашок).

6.11 Мірні циліндри місткістю 5 і 25 см³.

6.12 Піпетки градуйовані місткістю 10 см³.

6.13 Щипці металеві для фіксування колб, хімічних стаканів і чашок.

6.14 Мірна колба з однією поділкою, місткістю 100 см³.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб не є частиною методу, описаного в цьому стандарті. Рекомендоване відбирання проб згідно з ISO 707.

Національна примітка

В Україні чинні ДСТУ ISO 707 та ГОСТ 26809.

Важливо, щоб лабораторія отримала проби, які не були ушкоджені або зазнали змін під час транспортування або зберігання.

Проби з моменту їх відбирання зберігають за температури від 2 до 6 °С.

8 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОЇ ПРОБИ

Нагрівають досліджувану пробу до температури від 35 до 40 °С на водяній бані (6.5). Потім обережно і ретельно її перемішують, щоб не спричинити піноутворення і збивання. Швидко охолоджують досліджувану пробу приблизно до 20 °С.

Примітка. Не можна отримати точного результату під час визначання величини вмісту жиру:

а) якщо молоко збите;

б) коли відчутно специфічний запах вільних жирних кислот;

с) якщо під час або після підготування досліджуваної проби на стінках посудини із пробною відно білі часточки, або коли на поверхні проби плавають крапельки жиру.

9 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБОВУВАННЯ

Примітка 1. Під час визначання дві досліджувані проби (9.1) екстрагують у двох колбах Можоньє для екстрагування жиру (6.6). Екстракти з цих колб зливають в одну підготовлену посудину для збирання жиру (9.3).

Примітка 2. Якщо необхідно перевірити чи дотримується межа збіжності (11.2) проводять два окремих випробування відповідно до 9.1—9.4.

Примітка 3. Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру з сифонним або промивним патрубками (див. примітку у 6.6) зазначена в додатку В.

9.1 Досліджувана проба

Досліджувану пробу (розділ 8) перемішують, акуратно перевертаючи посудину три або чотири рази. Відразу, з точністю до 1 мг відважують 10—11 г досліджуваної проби безпосередньо в кожному з двох колб для екстрагування жиру (6.6) або окремо.

Досліджувану пробу вміщують якомога повніше в нижній (маленький) відсік колби для екстрагування жиру.

9.2 «Сліпі» досліді

9.2.1 «Сліпий» дослід методу

«Сліпий» дослід проводять одночасно з визначанням, використовуючи ту саму методику і ті самі реактиви, але досліджувану пробу замінюють 10 см³ води (див. А.2).

Якщо величина, отримана в «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви (9.2.2). Виправлення більше ніж на 2,5 мг повинно згадуватися в протоколі випробування.

9.2.2 «Сліпий» дослід для реактивів

Щоб перевірити якість реактивів, проводять «сліпий» дослід, як зазначено в 9.2.1. Додатково використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовлену, як зазначено в 9.3, з метою перевіряння маси. Реактиви не повинні залишати більше ніж 1,0 мг осаду (див. А.1).

Якщо осад реактивів «сліпого» досліді в цілому перевищує 1,0 мг, визначають осад окремих розчинників дистиляцією 100 см³ діетилового ефіру (5.4) і петролейного ефіру (5.5), відповідно. Використовують посудину для збирання жиру, приготувану з метою контролювання, як описано вище, щоб визначити дійсну масу осаду, яка не повинна перевищувати 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, що затримуються в жирі. Якщо таке спостерігається, проводять «сліпий» дослід з усіма реактивами і для кожного розчинника, використовуючи посудину для збирання жиру з 1 г безводного молочного жиру. За необхідності розчинники передистильовують у присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після повторного дистилювання.

Замінюють незадовільні реактиви, розчинники або передистильовують розчинники.

9.3 Готування посудини для збирання жиру

Посудину для збирання жиру (6.9) висушують разом з допоміжними матеріалами для кипіння (6.10) у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С протягом 1 год.

Примітка 1. Допоміжні матеріали для кипіння сприяють спокійному кипінню під час випарювання розчинників, особливо за використання скляних посудин для збирання жиру; їх застосування необов'язкове за використання металевих чашок.

Посудині для збирання жиру, захищаючи її від пилу, дають охолонути до кімнатної температури (для скляної посудини — не менше ніж 1 год, для металевої чашки — не менше ніж 30 хв).

Примітка 2. Посудину для збирання жиру не можна поміщати в ексікатор, щоб уникнути недостатнього або тривалого за часом охолодження.

Національна примітка

В Україні застосовують ексікатори.

Щипці використовують, щоб установити посудину для збирання жиру на вагах. Посудину зважують з точністю до 1,0 мг.

Примітка 3. Щипці застосовують, щоб уникнути змінювання температури.

9.4 Визначання

9.4.1 Визначання проводять без зволікання.

Проводять випробовування відповідно до 9.4.2—9.4.13 з обома попередньо підготованими досліджуваними пробами (9.1).

9.4.2 2 см³ розчину аміаку (5.1) додають до двох досліджуваних проб в колби для екстрагування жиру (9.1), або використовують еквівалентний об'єм більш концентрованого розчину аміаку (див. примітку до 5.1). Ретельно перемішують з досліджуваною пробкою в маленьких відсіках кожної з колб для екстрагування жиру.

9.4.3 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно, але ретельно перемішують, дозволяючи вмісту кожної з колб для екстрагування жиру перетікати туди і назад між маленьким і великим відсіками. Не можна допускати, щоб рідина потрапляла занадто близько до горлечка колби. За необхідності додають по 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

9.4.4 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають обидві колби для екстрагування жиру корками, насиченими водою, або пробками з іншого матеріалу, змоченими водою (6.6). Колби інтенсивно струшують протягом 1 хв, спостерігаючи за тим, щоб не утворилося стійких емульсій.

Під час струшування колби для екстрагування жиру тримають у горизонтальному положенні малими відсіками спрямованими вгору, періодично переливаючи рідину з великого відсіку в маленький. За необхідності охолоджують колби у проточній воді приблизно до кімнатної температури. Обережно виймають корки або інші пробки і промивають їх і горлечка колб невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоби увесь промивальний розчин стікав у відповідну колбу.

9.4.5 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають обидві колби для екстрагування жиру змоченими (зануренням у воду) корками або іншими пробками. Знову акуратно перемішують протягом 30 с, як описано в 9.4.3. Продовжують струшувати, як описано в 9.4.4.

9.4.6 Обидві закриті колби для екстрагування жиру центрифугують протягом від 1 до 5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 g. Якщо центрифуга відсутня, закритим колбам дають відстоятися в штативі (6.7) не менше, ніж 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко не відокремитися від водяного шару. За необхідності охолоджують обидві колби в проточній воді до кімнатної температури.

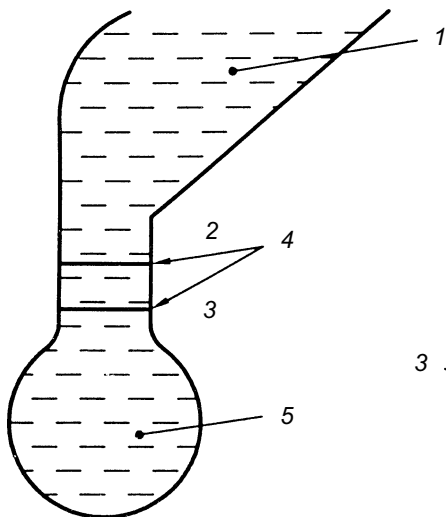
9.4.7 Обережно виймають корки або інші пробки, промивають їх і внутрішні поверхні горлечка колб для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоби увесь промивальний розчин стікав у відповідну колбу. Якщо поверхня розділу знаходиться нижче циліндричної частини однієї чи обох колб, то її піднімають трохи вище цього рівня, акуратно доливаючи воду по стінці відповідної колби (див. рисунок 1), щоби полегшити зливання розчинника.

Примітка. На рисунках 1 і 2 показано один із трьох типів колб для екстрагування жиру, описаних у ISO 3889, але це не дає будь-якої переваги над іншими типами.

9.4.8 Колби для екстрагування жиру тримають за малі відсіки і акуратно зливають якнайбільше шару, який спливає, в підготовлену посудину для збирання жиру (див. 9.3), у якій знаходиться декілька допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку використання вузькогорлої або конічної колби (не обов'язково з металевими чашками). Не допустимо зливання водяного шару (див. рисунок 2).

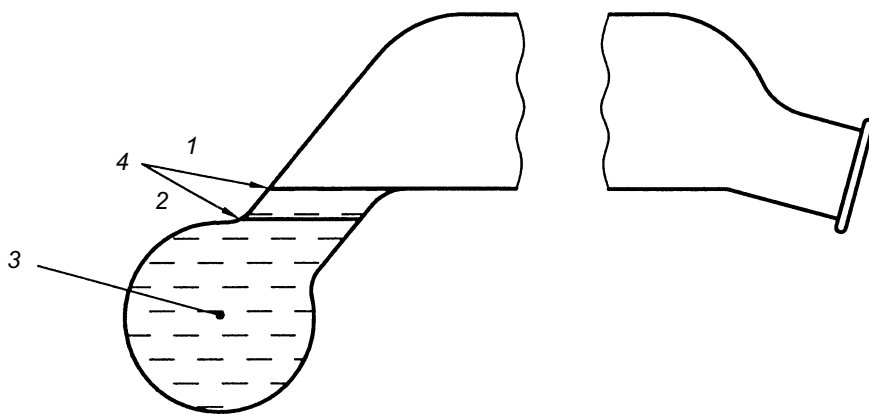
9.4.9 Зовнішні поверхні горлечка колб для екстрагування жиру промивають невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Цей промивальний розчин збирають в одну посудину для збирання жиру як описано в 9.4.8. Не слід допускати розтікання змішаного розчинника по зовнішнім поверхням колб для екстрагування жиру. За необхідності розчинник або його частину видаляють з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.13.

9.4.10 5 см³ етилового спирту (5.2) додають до вмісту обох колб для екстрагування жиру. Етиловим спиртом обполіскують внутрішні поверхні горлечок колб та перемішують, як описано в 9.4.3.



- 1 Розчинник
- 2 Під час другого і третього екстрагування
- 3 Під час першого екстрагування
- 4 Поверхня розділу
- 5 Водяний шар

Рисунок 1 — Перед зливанням



- 1 Під час другого і третього екстрагування
- 2 Під час першого екстрагування
- 3 Водяний шар
- 4 Поверхня розділу

Рисунок 2 — Після зливання

9.4.11 Проводять друге екстрагування, повторюючи операції, описані в 9.4.4—9.4.9 включно, тільки замість 25 см³ використовують 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром обполіскують внутрішні частини горлечок колб для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини однієї чи обох колб акуратним додаванням води по стінці відповідної колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).

9.4.12 Проводять третє екстрагування без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в 9.4.4—9.4.9 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Знову діетиловим ефіром промивають внутрішні частини горлечок колб для екстрагування жиру.

За необхідності злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини однієї чи обох колб акуратним додаванням води по стінці відповідної колби (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання, як можна повніше (див. рисунок 2).

9.4.13 Як можна повніше видаляють розчинники (разом з етиловим спиртом) з посудини для збирання жиру дистиляцією, якщо використовують вузькогорлу або конічну колбу, або випарюванням, якщо використовують хімічний стакан або чашку (6.3). Внутрішню частину горлечка конічної колби обполіскують невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6) перед дистиляцією.

9.4.14 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік в сушильну шафу (6.4) і нагрівають протягом 1 год за температури 102 °С, щоб випарувався розчинник. Посудину для збирання жиру виймають з шафи і перевіряють, щоб жир був прозорий. Якщо жир не прозорий, можна припустити наявність сторонніх речовин, і тоді необхідно повторити всю процедуру. Якщо жир прозорий — посудину для збирання жиру, захищаючи від пилу, охолоджують (бажано не в ексікаторі) до кімнатної температури (скляну посудину — не менше ніж 1 год, металеву чашку — не менше ніж 30 хв).

Посудину для збирання жиру не слід витирати безпосередньо перед зважуванням. Щипцями (6.13) переносять посудину для збирання жиру на ваги. Зважування проводять з точністю до 1,0 мг, округлюючи значення до найближчого цілого значення в мг.

9.4.15 Посудину для збирання жиру з вузькогорлою або конічною колбою кладуть на бік і нагрівають ще 30 хв у сушильній шафі (6.4) за температури 102 °С, щоб випарувався розчинник. Охолоджують і ще раз зважують, як описано в 9.4.14. За необхідності повторюють процедури нагрівання і зважування доти, поки маса посудини для збирання жиру не зменшиться на 1,0 мг або менше, або не збільшиться між двома послідовними зважуваннями. Записують найменшу масу, як масу посудини для збирання жиру та екстрагованої речовини.

10 ОБЧИСЛЮВАННЯ І ОБРОБЛЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

10.1 Обчислювання

Вміст жиру в пробі обчислюють за такою формулою:

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

де w_f — масова частка жиру в пробі, у відсотках;

m_0 — сума мас двох досліджуваних проб (9.1) у грамах;

m_1 — маса посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.15, у грамах;

m_2 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (9.3), у грамах;

m_3 — маса посудини для збирання жиру, яку використовували в «сліпому» досліді (9.2) і екстрагованої речовини, визначена в 9.4.15, у грамах;

m_4 — маса посудини для збирання жиру (9.3), яку використовували в «сліпому» досліді (9.2), у грамах.

10.2 Оброблювання результатів

Результат округляють до третього знаку після коми.

11 ТОЧНІСТЬ

11.1 Міжлабораторні досліді

Деталі міжлабораторних дослідів згідно з ISO 5725* щодо точності методу опубліковані в [6]. Значення меж збіжності і відтворності виражені для вірогідності 95 % і не можна застосовувати до будь-яких інших діапазонів концентрацій, ніж наведені.

11.2 Збіжність

Абсолютна різниця результатів двох окремих незалежних дослідів, отриманих у разі використання того самого методу, на ідентичному досліджуваному матеріалі, у тій самій лабораторії, тим самим оператором на тому самому устаткованні, протягом короткого проміжку часу, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати 0,005 % масової частки жиру.

11.3 Відтворність

Абсолютна різниця результатів двох окремих незалежних дослідів, отриманих у разі використання того самого методу, на ідентичному досліджуваному матеріалі, у різних лабораторіях, різними операторами, використовуючи різне устаткування, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати 0,015 % масової частки жиру.

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування повинен містити:

- всю інформацію, необхідну для повного ідентифікування проби;
- метод відбирання проб, який використовували, якщо він відомий;
- метод досліді, який використовували, разом з посиланням на цей стандарт;
- усі подробиці проведення, не зазначені в цьому стандарті, або розглянуті, як необов'язкові, разом з деталями всіх подій, що можуть вплинути на результат досліді;
- внесене виправлення, якщо в «сліпому» досліді для методу отримана величина, що перевищує 2,5 мг;
- отриманий результат досліді;
- якщо була проведена збіжність, остаточний отриманий під час цього результат.

* ISO 5725:1986 (не є чинний) Було використано для інформації про точність.

ПРИМІТКА ДО ХОДУ ВИЗНАЧАННЯ**А.1 «Сліпий» дослід для перевіряння реактивів** (див. 9.2.2)

У цьому «сліпому» досліді треба використовувати посудину для збирання жиру, призначену для контролювання маси, для того, щоб зміни в температурному режимі кімнати, де проводять зважування, або температурні впливи посудини для збирання жиру не призвели до помилкових висновків щодо присутності або відсутності нелетких речовин в екстракті реактивів. Ця посудина для збирання жиру може бути використана, як протипага у випадку ваг з двома чашками. У протилежному випадку відхилення уявної маси ($m_3 - m_4$ у 10.1) контрольної посудини для збирання жиру повинно бути розглянуте під час перевіряння маси посудини для збирання жиру, використаної в «сліпому» досліді. Отже, зміна уявної маси посудини для збирання жиру, скоригована на видиму зміну маси контрольної посудини для збирання жиру, не повинна показувати збільшення в масі більше ніж 1,0 мг.

Імовірно, що розчинники можуть містити леткі речовини, які дуже затримуються у жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід з всіма реактивами, використовуючи для кожного розчинника посудину для збирання жиру з приблизно 1 г зневодненого молочного жиру. За необхідності варто передистилювати розчинники в присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після передистилювання.

А.2 «Сліпий» дослід, проведений одночасно з визначанням (див.9.2.1)

Величина, отримана в «сліпому» досліді, проведеному одночасно з визначанням, дозволяє скоригувати отриману масу речовини, екстрагованої з досліджуваної проби ($m_1 - m_2$), на присутність будь-яких нелетких речовин, отриманих з реактивів, а також на будь-які зміни в атмосферних умовах кімнати, де проводили зважування, і деякі розходження температур між посудиною для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, за двох зважувань (9.4.15 і 9.3).

За придатних умов (невеликі значення «сліпих» дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, достатній час охолодження посудини для збирання жиру) величина, як правило, буде менше ніж 0,5 мг і, отже, нею можна знехтувати під час обчислювання у випадку, звичайного визначання. Часто нехтують і дещо більшими величинами (позитивними і негативними) — до 2,5 мг. Після виправлення на ці величини результат буде усе ще точним. Коли виправлення буде більше ніж 2,5 мг, це повинно бути відбите в протоколі випробування (розділ 12).

Якщо величина, отримана в цьому «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто перевірити реактиви. Будь-які нечисті реактиви повинні бути замінені або очищені (див. 9.2.2 і А.1).

А.3 Перевіряння на перекиси

Для проведення досліді на перекиси до 10 см³ діетилового ефіру додають 1 см³ свіжоприготованого розчину йодиду калію 100 г/дм³ у невеликому циліндрі з скляною пробкою, попередньо промитою ефіром. Циліндр струшують і ставлять відстоятися на 1 хв. У шарі діетилового ефіру не повинен з'явитися жовтий колір.

Можна застосовувати інші придатні методи перевіряння на перекиси.

Щоб забезпечити чистоту і збережність чистоти ефіру від перекисів, принаймні, за 3 дні до використання, діетиловий ефір обробляють у такий спосіб.

Цинкову фольгу нарізають смужками, щоб вони діставали до середини пляшки, що містить діетиловий ефір; використовують приблизно 80 см² фольги на літр діетилового ефіру.

Перед використанням смужки фольги повністю занурюють на 1 хв у розчин, що містить 10 г 5-водного сульфату міді (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) і 98%-ву сірчану кислоту, концентрацією 2 см³/дм³.

Акуратно, але ретельно смужки миють водою, вміщують їх вологі покриті міддю, у пляшку з діетиловим ефіром і там залишають.

Можуть бути використані інші методи за умови, що вони не впливають на результат визначання.

А.4 Діетиловий ефір, що містить антиоксиданти

У деяких країнах застосовують діетиловий ефір, що містить близько 1 мг/кг антиоксиданту, особливо для визначання жиру.

Такий вміст унеможлиблює його застосування в контрольних методах.

В інших країнах застосовують діетиловий ефір з більше ніж високим вмістом антиоксиданту, наприклад, до 7 мг/кг. Такий ефір може бути використаний лише в звичайних визначаннях з обов'язковим «сліпим» дослідом, що проводять одночасно з визначанням з метою виправлення систематичних помилок, що виникають через антиоксидантний осад. Для контрольних цілей такий ефір треба перед використанням завжди здистильовувати.

А.5 Етиловий спирт

Етиловий спирт, зденатурований інакше, ніж додаванням метилового спирту, може бути використаний лише за умови, що речовина, якою денатують, не вплине на результат визначання.

ДОДАТОК В (довідковий)

АЛЬТЕРНАТИВНА МЕТОДИКА З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ПРОБІРОК ДЛЯ ЕКСТРАГУВАННЯ ЖИРУ ІЗ СИФОННИМ АБО ПРОМИВНИМ ПАТРУБКАМИ

В.1 Загальні положення

Якщо використовують пробірки для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками, варто виконувати процедуру, описану в цьому додатку. Пробірки повинні мати корки або інші якісні пробки, як визначено для колб у 6.6 (див. рисунок В.1, як приклад).

В.2 Процедура

В.2.1 Готування досліджуваної проби

Дивитися розділ 8.

В.2.2 Досліджувана проба

Далі виконують, як описано в 9.1, але використовуючи пробірки для екстрагування жиру (див. примітку в 6.6 і рисунок В.1). Обидві досліджувані проби повинні бути перенесені, якомога повніше, на дно кожної з двох пробірок для екстрагування жиру.

В.2.3 «Сліпий» дослід

Як зазначено в 9.2 і А.2.

В.2.4 Готування посудини для збирання жиру

Як зазначено в 9.3.

В.2.5 Визначання

В.2.5.1 Визначання проводять без затримки.

Виконують операції відповідно до В.2.5.2—В.2.5.13 для двох попередньо підготованих досліджуваних проб (В.2.2).

В.2.5.2 2 см³ аміачного розчину (5.1) додають до обох досліджуваних проб в пробірці для екстрагування жиру (В.2.2) або той самий обсяг концентрованого аміачного розчину (див. примітку до 5.1). Ретельно перемішують з підготовленими досліджуваними пробами на дні пробірок для екстрагування жиру.

В.2.5.3 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Акуратно, але ретельно перемішують із сумішшю на дні пробірки для екстрагування жиру. За необхідності додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

В.2.5.4 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають обидві пробірки для екстрагування жиру гумовими пробками, насиченими водою, або пробками з іншого матеріалу, який змочують водою, (6.6). Пробірки інтенсивно струшують з повторюваними перекиданнями протягом 1 хв, щоб уникнути утворення стійкої емульсії. За необхідності охолоджують пробірки у проточній воді. Обережно вийнявши корки або інші пробки, обполіскують їх і горлечка пробірок невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляну промивалку (6.8) так, щоби увесь промивальний розчин стікав у відповідну пробірку.

В.2.5.5 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають обидві пробірки для екстрагування жиру заново змоченими (зануренням у воду) корками або іншими пробками. Струшують акуратно пробірки протягом 30 с, як описано в В.2.5.4.

В.2.5.6 Закриті пробірки для екстрагування жиру центрифугують (6.2) протягом від 1 до 5 хв за радіального прискорення від 80 до 90 g. Якщо немає центрифуги, закриті пробірки в штативі (6.7) залишають у спокої протягом, як мінімум 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко відділеним від водяного шару. За необхідності пробірки охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

В.2.5.7 Обережно виймають корок або інші пробки та обполіскують їх і горлечка пробірок для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Скляну промивалку (6.8) використовують так, щоби увесь промивальний розчин стікав у відповідну пробірку.

В.2.5.8 У пробірки для екстрагування жиру вставляють сифонний або промивний патрубок. Уштовхують довгий внутрішній стрижень патрубку, поки вхідний отвір не буде приблизно на 4 мм вище поверхні розділу між шарами. Внутрішній стрижень патрубку повинен бути паралельним з віссю відповідної пробірки для екстрагування жиру.

Обережно переміщують шар, що спливає, з обох пробірок в одну посудину для збирання жиру (9.3), що містить трохи допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку вузькогорлої або конічної колби (необов'язково для металевих чашок). Варто уникати переміщення водяного шару. Обполіскують випускний отвір патрубку кожної пробірки невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи увесь промивальний розчин в одну посудину для збирання жиру.

Примітка. Шар, що сплив, може бути переміщений із пробірки для екстрагування жиру за допомогою, наприклад, гумової кульки, прикріпленої до короткого стрижня для створення тиску.

В.2.5.9 Патрубки у горлечках пробірок для екстрагування жиру послабляють. Потім злегка їх піднімають і обполіскують нижню частину їх довгого внутрішнього стрижня невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Опускають і заново вставляють патрубки, зливаючи увесь промивальний розчин в ту саму посудину для збирання жиру.

Знову обполіскують випускні отвори патрубків кожної з пробірок невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи увесь промивальний розчин в посудину для збирання жиру. За необхідності видаляють розчинник, або його частину, з посудини для збирання жиру дистиляцією або випарюванням, як описано в 9.4.13.

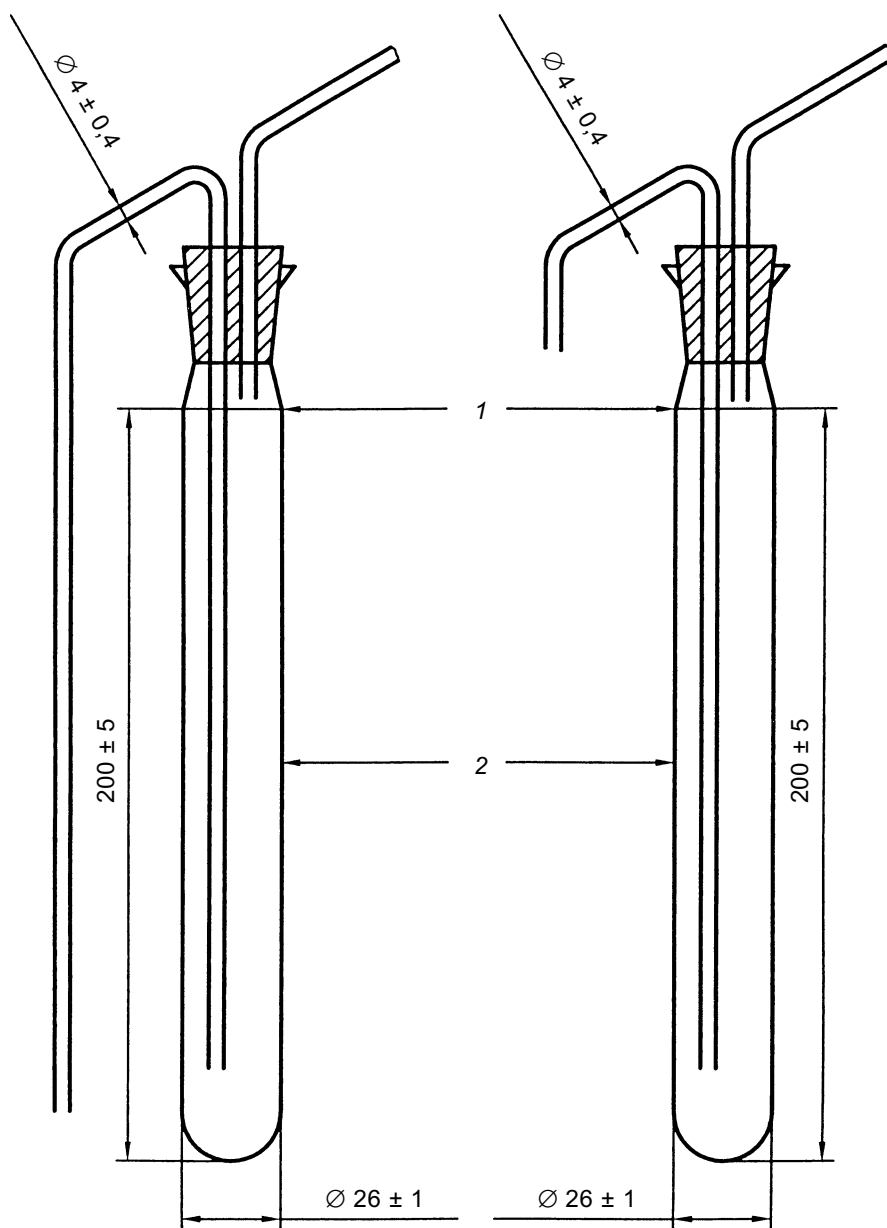
В.2.5.10 Знову послабляють патрубки в горлечках. Злегка піднявши патрубки, додають 5 см³ етилового спирту до вмісту кожної з пробірок для екстрагування жиру. Етиловим спиртом обполіскують довгі внутрішні стрижні патрубків. Перемішують, як описано в В.2.5.3.

В.2.5.11 Проводять друге екстрагування відповідно до В.2.5.4—В.2.5.9.

Замість 25 см³ використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром обполіскують довгі внутрішні стрижні патрубків, виймаючи патрубки з кожної пробірки для екстрагування жиру після попереднього екстрагування.

В.2.5.12 Проводять третє екстрагування, без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, описані в В.2.5.4—В.2.5.9. Знову використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру і 15 см³ петролейного ефіру. Діетиловим ефіром обполіскують довгі внутрішні стрижні, як описано в В.2.5.11.

В.2.5.13 Виконують усе, як описано в 9.4.13—9.4.15.



а) з сифонним патрубком

б) з промивним патрубком

1 — Місткість до цього рівня з вийнятим патрубком (105 ± 5) см³

2 — Товщина стінок ($1,5 \pm 0,5$) мм.

Рисунок В.1 — Приклади пробірок для екстрагування жиру.

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 707 Milk and milk products — Guidance on sampling
- 2 ISO 1211 Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)
- 3 ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- 4 ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definition
- 5 ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- 6 International Dairy Federation. Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed., No. 235, 1988.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

- 1 ISO 707 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб
Стандарт прийнятий як національний ДСТУ ISO 707
- 2 ISO 1211 Молоко. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру (контрольний метод)
Стандарт прийнятий як національний ДСТУ ISO 1211
- 3 ISO 5725:1986 Точність методів вимірювання. Визначання збіжності та відтворності для стандартного методу вимірювання у міжлабораторних вимірюваннях
- 4 ISO 5725-1:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Загальні принципи і визначення
- 5 ISO 5725-2:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів дослідження. Частина 2. Базовий метод визначання збіжності та відтворності для стандартного методу випробування
- 6 Міжнародна Молочна Федерація. Спільні міжлабораторні дослідження. Другий випуск. № 235, 1988.

67.100.10

Ключові слова: молоко знежирене, сироватка, маслянка, гравіметричний метод, вміст жиру, досліджувана проба, екстрагування жиру, арбітражний метод, протокол випробування, альтернативна методика.

Редактор **О. Чихман**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Комп'ютерна верстка **І. Барков**

Підписано до друку 23.01.2004. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 10,69. Зам. Ціна договірна.

Редакційно-видавничий відділ ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2