



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КАЗЕЇНИ ТА КАЗЕЇНАТИ

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)

(ISO 5543:1986, IDT)

ДСТУ ISO 5543:2005

Видання офіційне

БЗ № 3—2005/166

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Національний університет харчових технологій

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **А.Українець**, д-р техн. наук; **Л. Хомічак**, д-р техн. наук; **О. Савченко**, канд. техн. наук; **О. Грек**, канд. техн. наук

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 14 квітня 2005 р. № 90 з 2006–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 5543:1986 Caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Казеїн та казеїнати. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру (контрольний 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, 2007

ЗМІСТ

	с.
Національний вступ	IV
Вступ	1
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	2
4 Суть методу	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура та матеріали	3
7 Відбирання проб	4
8 Досліджування	4
9 Подання результатів	7
10 Примітки щодо порядку визначення	8
11 Протокол дослідження	9
Додаток Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками	9

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 5543 Caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Казеїн та казеїнати. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру (контрольний метод)).

Відповідальний за цей стандарт — Національний університет харчових технологій.

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

Стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту жиру в казеїні та казеїнатах гравіметричним методом.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- зміна назви стандарту згідно з вимогами національної стандартизації;
- слова «міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи цього стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», «Вступ», «Термін та визначення поняття» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» подано «Національне пояснення», яке виділено в тексті рамкою;
- позначки одиниць фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено відповідно на «см³» і «дм³» (система SI) згідно з ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин;
- у розділах 5 «Реактиви», 7 «Відбирання проб» та 8 «Досліджування» наведено «Національні примітки», виділені рамкою.

Міжнародний стандарт ISO 707 впроваджено в Україні як ДСТУ ISO 707–2002.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КАЗЕЇНИ ТА КАЗЕЇНАТИ

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Гравиметрический метод определения содержания жира
(контрольный метод)

CASEINS AND CASEINATES

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

Чинний від 2006–10–01

ВСТУП

Цей стандарт було розроблено для встановлення нових методів, гармонізованих, наскільки це було можливо, гравіметричного визначення вмісту жиру у молоці, молочних продуктах та харчових продуктах на основі молока.

Метод, що базується на принципі Шмідт-Бондзинського—Ратцлава (ШБР), — розщеплення соляною кислотою — було обрано через те, що:

а) багато казеїнів не дуже розчиняються в аміаку — або через те, що вони містять тверді грудки, або через те, що вони, як такі, взагалі погано розчиняються (прикладом є сичуговий казеїн), і, таким чином, не можуть бути досліджені згідно з методом, що базується на принципі Розе-Готтліба (РГ), застосовного для молока та більшості молочних продуктів;

б) через низький вміст лактози (масова частка менше ніж 5 % від сухої речовини) всі казеїни та казеїнати можна досліджувати згідно з принципом ШБР. Він має перевагу над методом Вейбулла, бо передбачає використання того самого устаткування, що і метод РГ, і є до того ж менш тривалим;

с) методи, в основі яких лежить принцип ШБР, уже широко використовують у різних країнах як офіційні або стандартні методи досліджування всіх казеїнів та казеїнатів.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту жиру в казеїнах та казеїнатах усіх типів.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі нормативні документи:

ISO 707 Milk and milk products — Methods of sampling

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

ISO 5550 Caseins and caseinates — Determination of water content (Reference method).

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 707 Молоко та молочні продукти. Методи відбирання проб

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

ISO 5550 Казеїни та казеїнати. Визначення вмісту вологи (контрольний метод).

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використано такий термін з відповідним визначенням поняття:

3.1 вміст жиру в казеїнах та казеїнатах (*fat content of caseins and caseinates*)

Усі речовини, визначені за методом, встановленим цим стандартом.

Масову частку виражають у відсотках.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Розщеплення досліджуваної проби соляною кислотою, додавання етилового спирту та наступне екстрагування кислотного-спиртового розчину діетиловим та петролейним ефірами, видалення розчинників дистилюванням або випарюванням та визначення маси екстрагованих речовин, які розчиняються у петролейному ефірі. (Зазвичай його називають принципом Шмідт-Бондзинського—Рацлава).

5 РЕАКТИВИ

Використовують тільки реактиви визнаної якості, що не повинні залишати помітного осаду після проведення визначення за описаним методом. Треба використовувати здистильовану воду або принаймні воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

В Україні використовують воду здистильовану згідно з ГОСТ 6709-72.

Щоб перевірити якість реактивів, виконують «сліпий» дослід згідно з 8.3. Для контролю маси (див. 10.1) використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовану згідно з 8.4. Осад реактивів не повинний бути більшим за 0,5 мг.

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний дослід».

Якщо в результаті «сліпого» дослідження на сукупний осад реактивів останній перевищує 0,5 мг, окремо визначають осад розчинників, дистилюючи по 100 см³ діетилового ефіру та петролейного ефіру відповідно. Для одержання чистої маси осаду використовують порожню контрольну посудину, чиста маса осаду не повинна перевищувати 0,5 мг.

Незадовільні реактиви або розчинники замінюють, або знову дистилюють розчинники.

5.1 Розчин соляної кислоти, $\rho_{20} \approx 1,125 \text{ г/см}^3$. (Див. також примітку до 8.5.1).Доливають 675 см³ соляної кислоти ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) водою до 1000 см³.**5.2 Етиловий спирт** або етиловий спирт, денатурований метиловим спиртом, з об'ємною часткою етилового спирту не менше ніж 94 %. (Див. 10.5).

5.3 Діетиловий ефір вільний від пероксидів (див. 10.3), що зовсім не містить антиоксидантів, або вміст останніх не перевищує 2 мг/кг, а також відповідає вимогам для «сліпого» дослідження (див. вступні абзаци до розділу 5, а також 10.1 та 10.4).

5.4 Петролейний ефір з точкою кипіння в межах від 30 °C до 60 °C.**Національна примітка**

Нафта легка, світла (light petroleum) замінена на петролейний ефір. Цей реактив видобувається розгонкою бензинової фракції нафти і являє собою легку фракцію, має ту саму температуру кипіння, що наведена в стандарті.

5.5 Змішаний розчинник, підготовлений незадовго перед використанням змішуванням в однакових об'ємах діетилового ефіру (5.3) і петролейного ефіру (5.4).

5.6 Розчин Конго червоного.

Розчиняють 1 г Конго червоного у воді та доливають до 100 см³.

Примітка. Використовування цього розчину, що дозволяє більш чітко розрізняти поверхню розділу між розчинником і водними шарами (див. 8.5.4), це лише один з варіантів, і він доцільний лише для продуктів, що дають безбарвні або ледь забарвлені гідролізати. Можна використовувати й інші водорозчинні барвники за умови, що вони не впливають на результати визначення.

6 АПАРАТУРА ТА МАТЕРІАЛИ

ЗАСТОРОГА! Метод визначення передбачає використання летких вогнєнебезпечних розчинників, тому вся використовувана електрична апаратура повинна відповідати нормам безпеки під час застосовування таких розчинників.

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема таке:

6.1 Аналітичні ваги.

6.2 Центрифуга, яка може обертатися із закритими пробками колбами або пробірками для екстрагування жиру (6.6), з частотою обертання від 500 хв⁻¹ до 600 хв⁻¹ і радіальним прискоренням від 80 g до 90 g на зовнішньому кінці колби або пробірки.

Примітка. Використовувати центрифугу не обов'язково, але рекомендовано (див. 8.5.7).

6.3 Дистиляційний або випарний апарат для дистилювання розчинників і етилового спирту з колб для збирання жиру або для випарювання з хімічних склянок або чашок (див. 8.5.10 та 8.5.12) за температури, що не перевищує 100 °C.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням, з вентиляційним отвором (вентиляційними отворами), що повністю відкритий (відкриті), здатна підтримувати температуру (102 ± 2) °C у всьому її робочому просторі та оснащена відповідним термометром; або **вакуумна сушильна шафа**, в якій можна підтримувати температуру (70—75) °C та тиску 66 мбар (50 мм рт. ст.).

6.5 Водяна баня або плитка (див. 8.5.2).

6.6 Колби Можоньє для екстрагування жиру згідно з ISO 3889 (але див. примітку до 8.5.2).

Примітка. Можна також використовувати пробірки для екстрагування жиру (або колби), із сифонним або промивним патрубком, але в цьому випадку порядок визначення інший, він викладений у додатку. За потреби можна використовувати патрубок із загнутим внутрішнім кінцем.

Колби (або пробірки, див. примітку) повинні мати якісні корки або пробки з іншого матеріалу (наприклад, силіконової гуми або ПТФЕ¹⁾), на який не впливають використовувані реактиви. Корки повинні бути очищені діетиловим ефіром (5.3), витримані у воді за температури 60 °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 (або пробірок) (див. 6.6).

6.8 Посудина для промивання, придатна для роботи зі змішаним розчинником (5.5). Не треба використовувати пластмасовий посуд для промивання.

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

Якщо використовують металеві чашки, бажано, щоб вони були виготовлені з нержавкої сталі, обов'язково, щоб вони були плоскодонні, краще зі зливним отвором, діаметри їх повинні бути від 80 мм до 100 мм, а висота приблизно 50 мм.

6.10 Допоміжні матеріали для кипіння, знежирені, з непористої порцеляни або карбиду кремнію, або скляні кульки (не обов'язкові, якщо застосовують металеві чашки).

6.11 Мірні циліндри місткістю 5 см³ і 25 см³.

6.12 Піпетки градуйовані місткістю 10 см³.

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

¹⁾ Політетрафторетилен.

6.14 Подрібнювач за потреби подрібнити лабораторні проби. Цей пристрій має бути таким, щоб не виділялося небажане тепло і не відбувалося втрат вологи. (Не треба використовувати молотковий подрібнювач).

6.15 Контрольне сито, плетене з дроту діаметром 200 мм, з номінальним розміром отворів 500 мкм, з піддоном, таке, що відповідає вимогам ISO 565.

6.16 Посудина з кришкою, повітронепроникна, об'єм якої дозволяє перемішати досліджувану пробу струшуванням.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Див. ISO 707.

Національна примітка

В Україні чинні ДСТУ ISO 707–2002 Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб (ISO 707:1997, IDT) та ГОСТ 26809–86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу (Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу).

Лабораторну пробу треба зберігати у надійно закритій повітронепроникній посудині.

8 ДОСЛІДЖУВАННЯ

Примітка. Інший можливий порядок проведення дослідження з використанням сифонного або промивного патрубку (див. примітку до 6.6) описано у додатку.

8.1 Готування досліджуваної проби

8.1.1 За потреби ретельно перемішують досліджувану пробу (розділ 7) багатократним струшуванням та перевертанням, після того, як її повністю перенесено до повітронепроникної посудини відповідного об'єму.

8.1.2 Переносять 50 г лабораторної проби на контрольне сито (6.15). Якщо проба не пройшла крізь сито повністю, для виконання цієї умови її пропускають через подрібнювач. негайно переносять порцію проби у посудину (6.16), яку закривають, а пробу ретельно перемішують. Під час виконання цих процедур вживають усіх заходів, аби вміст вологи у продукті жодним чином не змінився.

8.1.3 Після того, як досліджувану пробу підготовлено, якомога швидше починають визначення (8.5). Якщо частина проби масою 50 г відразу пройшла або майже повністю пройшла крізь сито, підготовлену досліджувану пробу (див. 8.1.1) використовують для визначення.

8.2 Досліджувана проба

Перемішують досліджувану пробу (8.1), злегка струшуючи, або обертаючи та перевертаючи посудину. негайно відважують з точністю до 1 мг безпосередньо або за різницею до колби для екстрагування жиру (6.6), або до склянки чи колби об'ємом 100 см³ від 2 г до 3 г досліджуваної проби.

Досліджувану пробу треба якомога повніше перенести до нижнього (меншого) відсіку колби для екстрагування.

8.3 «Сліпий» дослід

«Сліпий» дослід виконують одночасно з визначенням за тим самим порядком і використовуючи ті самі реактиви, проте без досліджуваної проби згідно з 8.5.1 (див. 10.2).

8.4 Підготування посудини для збирання жиру

Посудину для збирання жиру (6.9) висушують разом з допоміжними матеріалами для кипіння (6.10) у сушильній шафі (6.4) протягом 1 год (див. примітку 1).

Посудині для збирання жиру, захищаючи від пилу, дають охолонути до температури приміщення, де відбувається зважування (для скляної посудини — не менше ніж 1 год, для металевої чашки — не менше ніж 0,5 год) (див. примітку 2).

За допомогою щипців (6.13) (аби уникнути, зокрема, змінення температури), ставлять посудину на ваги та зважують з точністю до 0,1 мг.

Примітка 1. Допоміжні матеріали для кипіння сприяють спокійному кипінню під час наступного видаляння розчинників, особливо у разі використання скляних посудин; їх застосування не є обов'язковим у разі використання металевих чашок.

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

Національна примітка

В Україні допустиме застосування ексикаторів.

8.5 Визначення

8.5.1 Додають, залежно від форми пристрою для екстрагування, від $7,5 \text{ см}^3$ до 10 см^3 соляної кислоти (5.1), аби змити досліджувану пробу до меншого відсіку колби для екстрагування, або на дно склянки чи колби та перемішати.

Примітка. У деяких лабораторіях вважають за краще додавати від $7,5 \text{ см}^3$ до $8,5 \text{ см}^3$ соляної кислоти концентрації $1,15 \text{ г/см}^3$.

8.5.2 Обережно рухаючи посудину у водяній бані, або над полум'ям, або на плитці, нагрівають до повного розчинення часток.

Примітка. Колби Можоньє (6.6) зі сферичним нижнім відсіком (форми В та С згідно з ISO 3889) особливо зручні для прямого нагрівання над полум'ям або на плитці.

8.5.3 Дають посудині постояти від 20 хв до 60 хв у киплячій водяній бані, час від часу струшуючи протягом перших 15 хв, або дають спокійно покипіти над полум'ям, або на плитці протягом 10 хв. Охолоджують, наприклад, у проточній воді.

Примітка. Якщо на одній з наступних стадій процесу виникають труднощі через в'язкість рідинної фази, визначення повторюють для меншої досліджуваної проби, причому час нагрівання або кипіння збільшують.

8.5.4 Якщо розщеплення було здійснено у пристрої для екстрагування, то додають 10 см^3 етилового спирту (5.2) та перемішують обережно, але ретельно, даючи можливість умісту колби перетікати туди і назад між її двома відсіками; уникають попадання рідини занадто близько до шийки колби. За бажанням додають 2 краплі розчину Конго червоного (див. 5.6).

Якщо розщеплення було здійснено не у колбі для екстрагування, а в іншій посудині, виливають уміст посудини у колбу для екстрагування. Послідовно додають 10 см^3 етилового спирту (5.2), 25 см^3 діетилового ефіру (5.3) та 25 см^3 петролейного ефіру (5.4), кожного разу вливаючи розчинник у колбу для екстрагування. Перемішують після додавання етилового спирту, як описано вище, та струшують колбу для екстрагування після додавання діетилового ефіру та петролейного ефіру, як описано у 8.5.5 та 8.5.6 відповідно.

8.5.5 Додають 25 см^3 діетилового ефіру (5.3), закривають колбу корком (див. 6.6), насиченим водою, або пробкою, змоченою водою, та інтенсивно струшують колбу, проте не занадто інтенсивно (аби не утворилися стійкі емульсії), протягом 1 хв, причому колбу розташовують горизонтально, а її менший відсік опиняється зверху, рідині з більшого відсіку періодично дають перетікати до меншого. За потреби, охолоджують колбу у проточній воді, після чого обережно виймають корок або пробку та змочують, разом з шийкою колби, невеликою кількістю змішаного розчинника (5.5), використовуючи посуд для промивання (6.8) таким чином, щоб змиви стікали усередину колби або підготовленої посудини для збирання жиру (див. 8.4).

8.5.6 Додають 25 см^3 петролейного ефіру (5.4), закривають колбу знову змоченим корком або змоченою пробкою (змочують зануренням у воду) та обережно струшують колбу протягом 30 с згідно з 8.5.5.

8.5.7 Закриту колбу центрифугують від 1 хв до 5 хв за радіального прискорення від 500 хв^{-1} до 600 хв^{-1} (див. 6.2). Якщо центрифуга відсутня, закритій колбі дають відстоятися в штативі (6.7) не менше ніж 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко не відокремиться від водного шару. За потреби, охолоджують колбу в проточній воді.

8.5.8 Обережно виймають корок або пробку та змочують, разом із шийкою колби, невеликою кількістю змішаного розчинника таким чином, щоб змиви стікали усередину колби або підготовленої посудини для збирання жиру.

Якщо поверхня розділу розташована нижче циліндричної частини колби, то її піднімають трохи вище цього рівня, обережно доливаючи воду по стінці колби (див. рисунок 1), щоб полегшити зливання розчинника.

Примітка. На рисунках 1 та 2 зображено один з трьох видів колб згідно з ISO 3889. Те, що було вибрано саме цей тип, не означає, що він має будь-які переваги над рештою типів (див. також 8.5.2).

8.5.9 Тримаючи колбу для екстрагування за менший відсік, обережно зливають якомога більшу частину шару, що сплив, у підготовлену посудину для збирання жиру (див. 8.4) з допоміжними матеріалами для кипіння (6.10), необхідними у разі використання колб (у разі використання металевих чашок наявність допоміжних матеріалів для кипіння не обов'язкова), в жодному разі не допускаючи зливання водного шару (див. рисунок 2).

8.5.10 Змочують зовнішню частину шийки колби для екстрагування невеликою кількістю змішаного розчинника, збираючи змиви у посудину для збирання жиру та дбаючи про те, аби змішаний розчинник не розтікався по зовнішній поверхні колби для екстрагування.

За бажанням, весь розчинник або його частину можна видалити з посудини екстрагуванням або випарюванням згідно 8.5.12.

8.5.11 Виконують друге екстрагування, повторюючи операції згідно з 8.5.5—8.5.9 включно, беручи лише 15 см³ діетилового ефіру (5.3) та 15 см³ петролейного ефіру (5.4); діетиловий ефір використовують для змочування внутрішньої частини колби для екстрагування. За потреби, підіймають поверхню розділу трохи вище середини циліндричної частини колби (див. рисунок 1), щоб у кінці можна було якомога повніше злити розчинник (див. рисунок 2).

8.5.12 Якомога повніше видаляють розчинники (разом з етиловим спиртом) з колби — дистилюванням, або зі склянки чи чашки — випарюванням (див. 6.3), перед початком дистилювання змочуючи внутрішню частину шийки колби невеликою кількістю змішаного розчинника (5.5).

8.5.13 Нагрівають посудину для збирання жиру (колбу кладуть набік, щоб вийшли пари розчинника у сушильній шафі (6.4), де підтримується температура $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 1 год. Виймають посудину для збирання жиру з шафи, дають охолонути (не в ексікаторі, проте в місці, захищеному від пилу) до температури приміщення, де відбувається зважування (скляну посудину протягом щонайменше 1 год, металеву чашку щонайменше 0,5 год) та зважують з точністю до 0,1 мг.

Намагаються не витирати посудину безпосередньо перед зважуванням. Посудину щипцями ставлять на ваги (зокрема, щоб уникнути змін температури).

8.5.14 Повторюють процедуру згідно з 8.5.13, поки маса посудини між двома послідовними зважуваннями не зменшиться на 0,5 мг чи на меншу величину, або не збільшиться. Фіксують мінімальну масу, тобто масу посудини для збирання жиру та екстрагованої речовини.

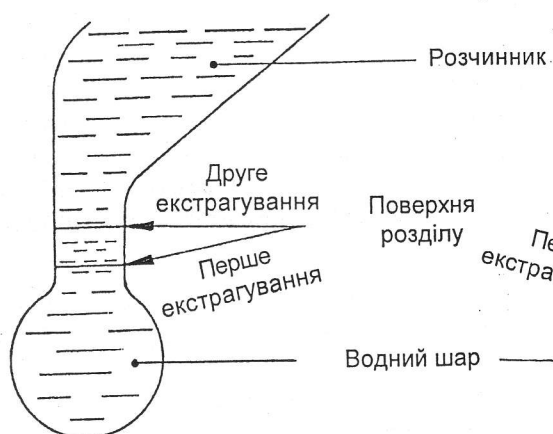


Рисунок 1 — До зливання (8.5.8, 8.5.11)

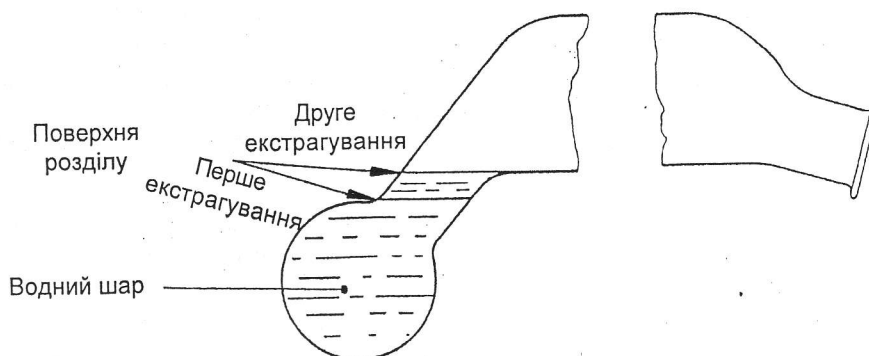


Рисунок 2 — Після зливання (8.5.9, 8.5.11)

8.5.15 У посудину для збирання жиру додають 25 см³ петролейного ефіру, щоб пересвідчитися в тому, що екстрагована речовина повністю розчиняється. Злегка нагрівають та збовтують розчинник, поки розчиниться весь жир.

Якщо екстрагована речовина повністю розчинюється в петролейному ефірі, масу жиру обчислюють як різницю між остаточною масою посудини, що містить екстраговані речовини (див. 8.5.14) та її початковою масою (див. 8.4).

8.5.16 Якщо екстрагована речовина не повністю розчинюється в петролейному ефірі, або якщо є будь-які сумніви, то завжди для нормування чи усунення суперечок повністю екстрагують жир з посудини, багаторазово промиваючи теплим петролейним ефіром.

Дають осісти всім залишкам нерозчинного матеріалу та обережно зливають петролейний ефір, не зрушуючи нерозчинного матеріалу. Процедуру повторюють ще тричі, використовуючи петролейний ефір для змочування внутрішньої частини шийки посудини.

Нарешті змочують верхню зовнішню частину посудини змішаним розчинником, проте таким чином, аби розчинник не розтікся по зовнішній поверхні посудини. Видаляють з посудини пари петролейного ефіру, нагріваючи її у сушильній шафі (6.4), де підтримується температура $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 1 год, дають охолонути та зважують згідно з 8.5.13 та 8.5.14.

Визначають масу жиру як різницю між масою, визначеною у 8.5.15, та цією остаточною масою.

9 ПОДАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Метод розраховування та формула

9.1.1 Масова частка вмісту жиру, виражена у відсотках, дорівнює:

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

- де m_0 — маса досліджуваної проби (8.2), г;
 m_1 — маса посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини, визначена згідно з 8.5.14, г;
 m_2 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (див. 8.4) або, за наявності нерозчинного матеріалу, посудини для збирання жиру та нерозчинного залишку, визначеного згідно з 8.5.16, г;
 m_3 — маса підготовленої посудини для збирання жиру, яку використовували у «сліпому» досліді (8.3) та будь-якої екстрагованої речовини, визначеної згідно з 8.5.14, г;
 m_4 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (див. 8.4), яку використовують у «сліпому» досліді (8.3), або, за наявності нерозчинного матеріалу, посудини для збирання жиру та нерозчинного залишку, визначеного згідно з 8.5.16, г.

Результат записують у протоколі з точністю до 0,01 % (масова частка).

9.1.2 Масова частка вмісту жиру у сухій речовині, виражена у відсотках, дорівнює

$$w_f \cdot \frac{100}{100 - w_w},$$

- де w_f — вміст жиру в пробі, розрахований згідно з 9.1.1;
 w_w — вміст води у пробі, визначений згідно з ISO 5550.

9.2 Точність

Примітка. Значення меж збіжності і відтворності визначено для вірогідності 95 %, виходячи з результатів міжлабораторних дослідів згідно з ISO 5725 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility by interlaboratory tests (Точність методів досліджень. Міжлабораторні досліді для визначення збіжності та відтворності).

9.2.1 Збіжність

Різниця між двома окремими результатами, отриманими на тому самому досліджуваному матеріалі і тим самим оператором протягом короткого проміжку часу, не повинна перевищувати 0,1 г жиру на 100 г продукту.

9.2.2 Відтворність

Різниця між двома окремими незалежними результатами, одержаними двома операторами, що працювали у різних лабораторіях на тому самому досліджуваному матеріалі, не повинна перевищувати 0,2 г жиру на 100 г продукту.

10 ПРИМІТКИ ЩОДО ПОРЯДКУ ВИЗНАЧЕННЯ

10.1 «Сліпий» дослід для перевіряння реактивів

У цьому «сліпому» досліді треба використовувати посудину для збирання жиру, призначену для контролю маси, щоб зміни температури у кімнаті, де проводять зважування, або зміни температури 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. В іншому випадку відхил уявної маси ($m_3 - m_4$ у формулі в 9.1.1) контрольної посудини для збирання жиру треба враховувати під час перевіряння маси посудини для збирання жиру, використаної в «сліпому» досліді. Отже, змінення уявної маси посудини для збирання жиру, скореговане на видиме змінення маси контрольної посудини для збирання жиру, не повинне показувати збільшення маси більше ніж 0,5 мг.

Дуже рідко розчинники можуть містити леткі речовини, які міцно затримуються у жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід з усіма реактивами, використовуючи для кожного розчинника посудину для збирання жиру з приблизно 1 г свіжого зневодненого молочного жиру. За потреби, дистилюють розчинники в присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники, оброблені у такий спосіб, треба використовувати тільки протягом короткого часу після дистилювання.

10.2 «Сліпий» дослід, що проводять одночасно з визначенням

Величина, отримана в «сліпому» досліді, проведеному одночасно з визначенням, дозволяє скорегувати 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 проводилися зважування, і деякі розходження температур між посудиною для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, під час двох зважувань (8.5.14 та 8.4 чи 8.5.16).

За сприятливих умов (невеликі значення сліпих дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, достатня тривалість охолодження посудини для збирання жиру) величина, як правило, буде меншою ніж 0,5 мг і, отже, нею можна знехтувати під час обчислювання у випадку звичайного визначення. Також часто зустрічаються і дещо вищі (позитивні і негативні) величини — до 2,5 мг. Результат після виправлення на ці величини буде усе ще точним. Коли виправлення буде більше ніж 2,5 мг, то це треба зазначити в протоколі дослідження (розділ 11).

Якщо величина, отримана в цьому «сліпому» досліді, регулярно перевищує 0,5 мг, варто перевірити реактиви, якщо цього не було нещодавно зроблено. У разі виявлення нечистого реактиву або реактивів його(їх) необхідно замінити або очистити (див. вступні абзаци розділу 5, а також 10.1).

10.3 Перевіряння на пероксиди в діетиловому ефірі

Для проведення досліді на пероксиди до 10 см³ діетилового ефіру додають 1 см³ свіжоприготовленого розчину йодистого 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 пероксиди.

Для того, щоб забезпечити чистоту діетилового ефіру (без антиоксидантів) від пероксидів та збереження його в такому стані принаймні за 3 дні до використання, діетиловий ефір обробляють у такий спосіб.

Цинкову фольгу нарізають смужками, щоб вони сягали принаймні середини пляшки. Пляшка містить діетиловий ефір; використовують приблизно 80 см² фольги на 1 дм³ діетилового ефіру.

Перед використанням смужки фольги повністю занурюють на 1 хв у розчин, що містить 10 г п'ятиводного сульфату міді (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) та 2 см³ концентрованої (масова частка 98 %) сірчаної кислоти на 1 дм³. Обережно, але ретельно смужки миють водою; вологі, покриті міддю смужки кладуть до пляшки з діетиловим ефіром і там залишають.

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

10.4 Діетиловий ефір, що містить антиоксиданти

У деяких країнах застосовують діетиловий ефір, що містить близько 1 мг/кг антиоксиданту, особливо для визначення жиру. Такий вміст не дозволяє його пряме застосовування з метою контролювання.

В інших країнах є лише діетиловий ефір зі значно вищим вмістом антиоксиданту, наприклад, до 7 мг/кг. Такий ефір може бути використаний лише в звичайних визначеннях з обов'язковим «сліпим» дослідом, що проводять одночасно з визначенням з метою виправлення систематичних помилок, що виникають через залишок антиоксидантів. Для контрольних цілей такий ефір треба перед використанням завжди дистилювати.

10.5 Етиловий спирт

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

11 ПРОТОКОЛ ДОСЛІДЖЕННЯ

У протоколі дослідження треба зазначити використаний метод та одержаний результат. Також треба вказати всі умови визначення, не зазначені у цьому стандарті або наведені як варіант, а також всі деталі та інциденти, що могли вплинути на результати. Величину, одержану у «сліпому» досліді ($m_3 - m_4$, див. 9.1.1), треба зазначити у протоколі, якщо вона перевищує 2,5 мг.

Протокол дослідження має містити всю інформацію, необхідну для повної ідентифікації проби.

ДОДАТОК

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

(див. рисунок 3)

A.0 Загальні положення

Якщо використовують пробірки для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками (див. примітку до 6.6), дотримуються процедури, описаної в цьому додатку.

A.1 Процедура

A.1.1 Готування досліджуваної проби

Див. 8.1.

A.1.2 Досліджувана проба

Далі діють згідно з 8.2, але використовуючи пробірки для екстрагування жиру (див. примітку до 6.6) або склянку чи колбу місткістю 100 см³.

Досліджувану пробу треба перенести якомога повніше на дно пробірки для екстрагування жиру, склянки або колби.

A.1.3 «Сліпий» дослід

Див. 8.3 та 10.2.

A.1.4 Підготовлення посудини для збирання жиру

Див. 8.4.

A.1.5 Визначення

A.1.5.1 Додають від 10 см³ до 15 см³ соляної кислоти (5.1), щоб змити досліджувану пробу на дно пробірки, склянки чи колби, і перемішують.

A.1.5.2 Обережно рухаючи посудину у водяній бані, або над полум'ям, або на плитці, нагрівають до повного розчинення часток.

Примітка. Колби для екстрагування жиру, оснащені підставками, не придатні для прямого нагрівання над полум'ям або на плитці.

A.1.5.3 Дають посудині постояти від 20 хв до 60 хв у киплячій водяній бані, час від часу струшуючи протягом перших 15 хв, або дають спокійно покипіти над полум'ям або на плитці протягом 10 хв. Охолоджують, наприклад, у проточній воді.

Примітка. Якщо на одній з наступних стадій процесу виникають труднощі через в'язкість рідинної фази, визначення повторюють для меншої досліджуваної проби, причому час нагрівання або кипіння збільшують.

A.1.5.4 Якщо розщеплення було здійснено у пробірці для екстрагування, додають 10 см³ етилового спирту (5.2) та перемішують обережно, але ретельно на дні пробірки. Якщо є бажання, додають 2 краплі розчину Конго червоного (див. 5.6).

Якщо розщеплення було здійснено не у пробірці для екстрагування, а в іншій посудині, виливають вміст посудини у пробірку для екстрагування. Послідовно доливають 10 см³ етилового спирту (5.2), 25 см³ діетилового ефіру (5.3) та 25 см³ петролейного ефіру (5.4), кожного разу виливаючи розчинник у пробірку для екстрагування. Перемішують після додавання етилового спирту, як описано вище, та струшують пробірку для екстрагування після додавання діетилового ефіру та петролейного ефіру, як описано у A.1.5.5 та A.1.5.6 відповідно.

A.1.5.5 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.3), закривають пробірку корком (див. 6.6), насиченим водою, або пробкою, змоченою водою, та інтенсивно струшують пробірку, проте не занадто інтенсивно (аби не утворилися стійкі емульсії) протягом 1 хв. Якщо є потреба, охолоджують пробірку у проточній воді, після чого обережно виймають корок або пробку та змочують, разом із шийкою пробірки, невеликою кількістю змішаного розчинника (5.5), використовуючи посуд для промивання (6.8) таким чином, щоб змиви стікали усередину пробірки.

A.1.5.6 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.4), закривають пробірку знову змоченим корком або змоченою пробкою (змочують зануренням у воду), та обережно струшують пробірку протягом 30 с згідно A.1.5.5.

A.1.5.7 Закриту пробірку центрифугують протягом від 1 хв до 5 хв з радіальним прискоренням від 500 хв⁻¹ до 600 хв⁻¹ (див. 6.2). Якщо центрифуга відсутня, закритій пробірці дають відстоятися в штативі (6.7) не менше ніж 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко не відокремитися від водного шару. За потреби, охолоджують пробірку в проточній воді.

A.1.5.8 Обережно виймають корок або пробку та змочують, разом із шийкою пробірки, невеликою кількістю змішаного розчинника таким чином, щоб змиви стікали усередину її.

A.1.5.9 Вставляють сифонний або промивний патрубок у пробірку та уштовхують довгий внутрішній кінець патрубку, поки вхідний отвір не стане приблизно на 4 мм вище поверхні розділу між шарами. Внутрішній кінець патрубку повинен бути паралельним до осі пробірки для екстрагування.

Обережно переміщують шар, який спливає, з пробірки у підготовлену посудину для збирання жиру (див. 8.4), що містить кілька допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) — якщо використовують колби (необов'язково для металевих чашок), в жодному разі не відбираючи водного шару. Змочують випускний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи всі змиви у посудину для збирання жиру.

A.1.5.10 Ослаблюють патрубок у шийці пробірки, злегка піднімають патрубок та змочують нижню частину довгого внутрішнього кінця патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника. Опускають та знову вставляють патрубок, переносять змиви у посудину для збирання жиру.

Змочують вихідний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, збираючи змиви у посудину.

Якщо це бажано, весь розчинник або його частину можна видалити з посудини екстрагуванням або випарюванням згідно з 8.5.12.

A.1.5.11 Виконують друге екстрагування, повторюючи процедуру згідно з A.1.5.5 — A.1.5.9 включно, але беручи лише 15 см³ діетилового ефіру (5.3) та 15 см³ петролейного ефіру (5.4); діетиловий ефір використовують для змочування довгого внутрішнього кінця патрубку, коли виймають патрубок з пробірки після попереднього екстрагування.

A.1.5.12 Продовжують згідно з 8.5.12 — 8.5.16.

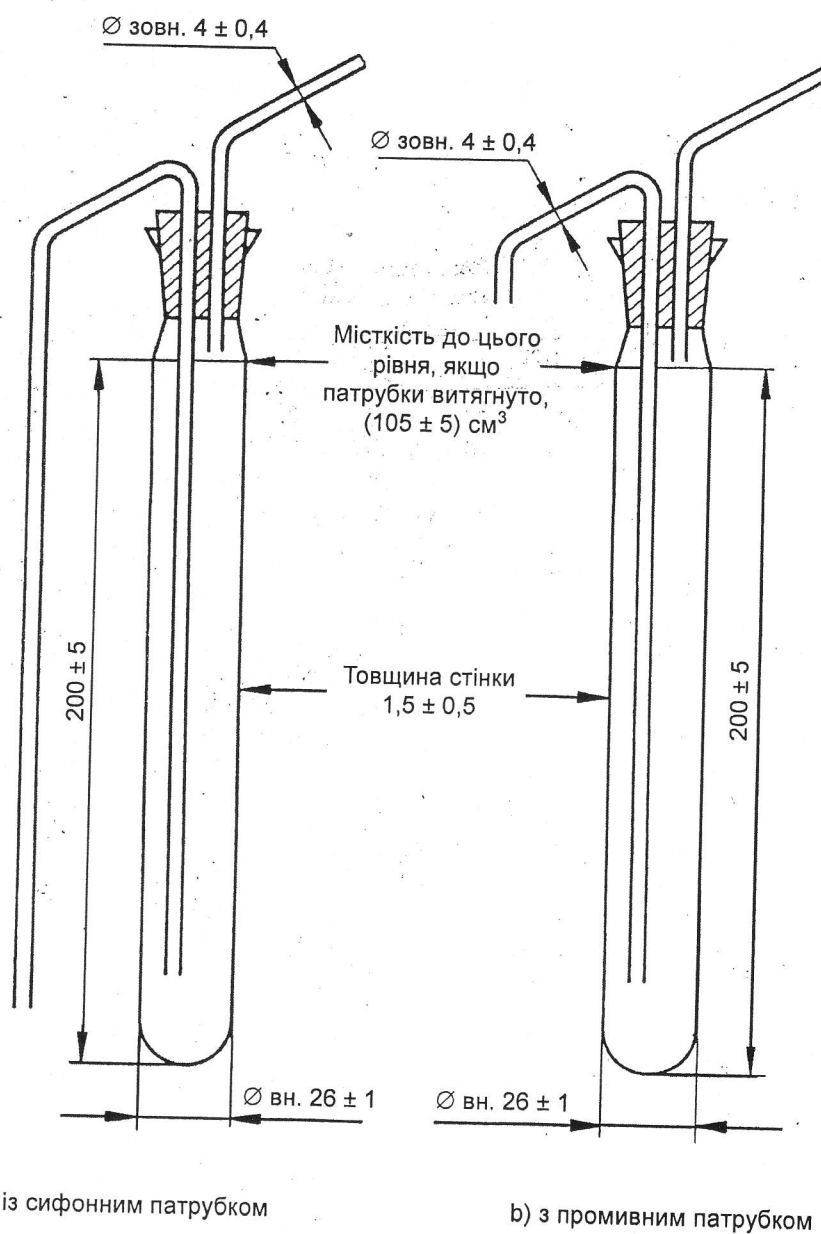


Рисунок 3 — Приклади пробірок для екстрагування

УКНД 67.100.30

Ключові слова: казеїн, казеїнати, гравіметричний метод, апаратура, вміст жиру, визначення, обчислювання, точність, контрольний метод.

Редактор **О. Біндас**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Макарчук**
Верстальник **С. Павленко**

Підписано до друку 06.02.2007. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. **352** Ціна договірна.

Відділ редагування нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, Київ, вул. Святошинська, 2