



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

# СИР І ПЛАВЛЕНИЙ СИР

Визначення загального вмісту  
сухих речовин (контрольний метод)

(ISO 5534:2004 IDF 4:2004, IDT)

ДСТУ ISO 5534:2005

*Видання офіційне*

БЗ № 3-2005/165

Київ  
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ  
2007

## ПЕРЕДМОВА

1 ЗНЕСЕНО: 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 5534:2004 IDF 4:2004 (E) Cheese and processed cheese — Determination of the total solids content (Reference method) (Сир і плавлений сир. Визначення загального вмісту сухих речовин (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.
—аціональний вступ .....	IV
1 Сфера застосування .....	1
2 Термін та визначення поняття .....	1
3 Суть методу .....	1
4 Реактиви .....	1
5 Апаратура .....	2
6 Відбирання проб .....	2
7 Готування досліджуваної проби .....	2
8 Вимірювання .....	3
9 Розрахування та подання результатів .....	4
10 Точність .....	4
11 Протокол дослідження .....	4
Додаток А Міжлабораторні випробовування .....	5
Бібліографія .....	5

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 5534:2004 (E) IDF 4:2004 (E) Cheese and processed cheese — Determination of the total solids content (Reference method) (Сир і плавлений сир. Визначення загального вмісту сухих речовин (контрольний метод)).

Відповідальний за цей стандарт — Національний університет харчових технологій.

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту сухих речовин в сирі та плавленому сирі.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

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

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», «Термін та визначення поняття» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— позначки одиниць вимірювання об'єму «мл» і «л» замінено на «см<sup>3</sup>» і «дм<sup>3</sup>» (система SI) згідно з вимогами системи стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин;

— у розділах 4 «Реактиви» та 6 «Відбирання проб» наведено «Національні примітки», виділені рамкою;

— у розділі 1 «Сфера застосування» та «Бібліографії» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою.

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СИР І ПЛАВЛЕНИЙ СИР

Визначення загального вмісту сухих речовин (контрольний метод)

СЫР И ПЛАВЛЕННЫЙ СЫР

Определение общего содержания сухих веществ (контрольный метод)

CHEESE AND PROCESSED CHEESE

Determination of total solids content (reference method)

Чинний від 2006-10-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначення загального вмісту сухих речовин у сирі та плавленому сирі.

Примітка. Цей метод можна не застосовувати для продуктів з плавленого сиру, про що зазначено в Кодексі про принципи ФАО/ВОЗ, Стандарт А-8.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ФАО/ВОЗ («FAO/WHO») — Всесвітня організація охорони здоров'я і організація з питань сільського господарства і продуктів харчування при ООН

2 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використано такий термін та відповідне йому визначення поняття:

2.1 загальний вміст сухих речовин (*total solids content of cheese*)

Масова частка речовин, визначена в порядку, вказаному у цьому стандарті.

Примітка. Масову частку загального вмісту сухих речовин виражають у відсотках.

3 СУТЬ МЕТОДУ

Зважену досліджувану пробу, змішану з піском, висушують нагріванням у сушильній шафі за температури 102 °С. Висушену досліджувану пробу зважують для визначення зменшення маси.

4 РЕАКТИВИ

Використовують лише хімічно чисті реактиви та здистильовану воду або, як виняток, воду еквівалентного ступеня чистоти.

Національна примітка

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

4.1 Розчин соляної кислоти (HCl) з масовою часткою 25 %.

4.2 Кварцовий пісок або морський пісок

4.2.1 Пісок має проходити крізь ткане дротяне сито з номінальним розміром отворів 600 мкм, проте залишатися на дротяному ситі з номінальним розміром отворів 150 мкм.

Пісок має пройти випробування відповідно до 4.2.2.

4.2.2 Зважують приблизно 20 г піску у чашку з плоским денцем (5.4) з паличкою для перемішування (5.5). Нагрівають відкриту чашку з піском, паличку для перемішування та кришку у шафі (5.3) з температурою 102 °C протягом не менше ніж 2 год. Закривають чашку та дають охолонути в ексікаторі (5.2) до температури приміщення, де проводять зважування. Зважують закриту чашку з точністю до 1 мг та занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми.

Зливають чашку та зволожують пісок приблизно 5 см<sup>3</sup> води. Перемішують пісок та воду за допомогою палички. Нагрівають відкриту чашку з піском, паличку для перемішування та кришку (5.3) з фіксованою температурою 102 °C протягом не менше ніж 4 год. Закривають частку чашкою, дають чашці охолонути в ексікаторі (5.2) до температури приміщення. Зважують закриту чашку з точністю до 1 мг і занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми. Різниця між двома зважуваннями не повинна перевищувати 1,0 мг.

4.2.3 Якщо цієї вимоги не виконано, визначають таким чином.

Залишають пісок зануреним у розчин соляної кислоти (4.1) протягом 3 днів, час від часу помішуючи. Якомога повніше зливають рідину. Промивають пісок водою, доки кисла реакція в рідкому шарі не буде нейтралізована. Нагрівають пісок за температури приблизно 160 °C протягом не менше ніж 4 год. Після чого повторюють випробовування піску відповідно до 4.2.2.

## 5 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема:

5.1 Аналітичні ваги, придатні до зважування з точністю до 1 мг, з ціною поділки 0,1 мг.

5.2 Ексікатор, з ефективним сикативом (наприклад, свіжовисушеним силікагелем з індикатором вологості).

Як варіант, для швидкого охолодження чашок можна використовувати придатні для цього металеві або скляні пластини. Пластину треба розмістити на закритій полиці, крізь яку пропускається потік сухого повітря.

5.3 Сушильна шафа з інтенсивним вентиляванням та електричним нагріванням, вентиляційний отвір (вентиляційні отвори) якої повністю відкрито, а у всьому її робочому об'ємі можна підтримувати температуру (102 ± 2) °C. Шафа має бути оснащена відповідним термометром.

5.4 Чашки з плоским денцем, виготовлені з відповідного матеріалу — корозійностійкої сталі, нікелю або алюмінію — висотою від 20 мм до 25 мм, діаметром від 60 мм до 80 мм, оснащені добре припасованими легко знімними кришками.

5.5 Палички для перемішування, виготовлені зі скла або металу з плоскими кінцями, причому довжина паличок має бути такою, щоб їх можна було прихилити під кутом до внутрішньої поверхні так, щоб вони не виступали за в'язку чашки.

5.7 Устаткування для подрібнення або перетирання, яке легко чиститься та придатне для готування досліджуваної проби.

## 6 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Важливо, щоб одержана лабораторією проба була цілком показовою і щоб вона не була пошкоджена або змінена під час транспортування чи зберігання.

Відбирання проб не є частиною методу, визначеного у цьому стандарті. Рекомендований метод відбирання проб — згідно з ISO 707. Досліджувані проби зберігають за температури від 0 °C до 20 °C з моменту відбирання проби до моменту початку визначення. Під час зберігання проб дбають про те, аби їх склад не зазнавав шкідливого впливу.

### Національна примітка

В Україні чинні ДСТУ ISO 707–2002 Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб (ISO 707–97, 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 приготовления проб до анализа).

## 7 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОЇ ПРОБИ

Перед аналізуванням видаляють затверділий, забруднений та запліснявілий верхній шар сиру, забезпечуючи таким чином одержання показової проби саме такого сиру, який звичайно споживають.

Подрібнюють або перетирають досліджувану пробу за допомогою відповідного устаткування для подрібнення або перетирання (5.6). Швидко змішують подрібнену масу та, за потреби, для напівтвердих та твердих сирів подрібнюють вдруге і знову інтенсивно перемішують. Тверді та напівтверді сири бажано розрізати на кубики 15 мм × 15 мм × 15 мм. Змішують кубики, струшуючи пробу в тарі. Устаткування чистять після підготовки кожної проби.

Якщо пробу не можна подрібнити або перетерти, її ретельно змішують, інтенсивно розтираючи розкачиком у ступі. Треба подбати про те, аби уникнути втрати вологи.

До початку аналізування пробу зберігають у повітронепроникній тарі, після подрібнення аналізування виконують якомога швидше.

Якщо затримання все ж таки не можна уникнути, вживають усіх заходів, необхідних для підтримання проби у належному стані. Після зберігання в холодильнику доводять досліджувану пробу до кімнатної температури. Ретельно змішують пробу, аби уникнути документально підтверженого переносу вологи всередині сиру, який відбувається під час охолодження та нагрівання. Зпевнюються в тому, що всю вологу, яка сконденсувалася на внутрішніх поверхнях тари, ретельно та рівномірно повернуто до досліджуваної проби. Не досліджують плавлений сир, на якому спостерігаються небажане зростання плісняви або ознаки псування.

## 8 ВИМІРЮВАННЯ

### 8.1 «Сліпий» дослід

Одночасно з визначенням досліджуваної проби (8.3) виконують «сліпий» дослід, дотримуючись того самого порядку підготовки чашки (8.2) та визначення (8.3), проте без досліджуваної проби.

### 8.2 Підготовка чашки

**8.2.1** Нагрівають відкриту чашку (5.4), що містить приблизно 20 г піску (4.2), з її кришкою та відповідною паличкою для перемішування (5.5) у сушильній шафі (5.3), у якій виставляють температуру 102 °С. Спочатку вміст чашки нагрівають до 102 °С, а потім вміст сушать не більше ніж 1 год.

Відлік часу сушіння відповідно до 8.2.1, 8.3.3 та 8.3.5 починають з моменту, коли температура вмісту чашки досягла 102 °С. Час досягнення температури 102 °С залежить від потужності теплового потоку, інтенсивності вентиляції та розміру шафи. Він також залежить від кількості, маси та матеріалу чашок, розміщених усередині шафи, його треба визначати експериментально.

**8.2.2** Чашку накривають кришкою, негайно переносять до ексикатора (5.2). Дають чашці охолонути до кімнатної температури у закритому ексикаторі. Після охолодження відкривають ексикатор і зважують охолоджену чашку з кришкою та паличкою для перемішування з точністю до 1 мг та занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми.

Час охолодження відповідно до 8.2.2, 8.3.4 та 8.3.5 залежить від охолоджувальної здатності ексикатора, а, крім того, від кількості, маси та матеріалу чашок, розміщених у ньому, і цей час треба визначати експериментально.

### 8.3 Визначення

**8.3.1** Нахиляють підготовлену чашку так, щоб пісок змістився до одного боку. На вільне місце в чашці накладають близько 3,0 г підготовленої досліджуваної проби (розділ 7), зважують чашку з кришкою, з паличкою для перемішування з точністю до 1 мг та занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми.

**8.3.2** Ретельно змішують досліджувану пробу з піском та розмішують суміш рівномірно по денцю чашки. Кінець палички, яким здійснюють перемішування, залишають у суміші, протилежний кінець спирають на стінку чашки.

*Примітка.* Додаванням приблизно 3 см<sup>3</sup> здистильованої води для насичення піску можна інтенсифікувати перемішування піску з твердим сиром.

**8.3.3** Нагрівають чашку, тримаючи кришку поруч з нею, у сушильній шафі (5.3), яка має температуру 102 °С. Спочатку дають вмісту чашки досягти температури 102 °С, після чого сушать протягом не більше ніж 3 год.

**8.3.4** Чашку накривають кришкою. Дають чашці охолонути до кімнатної температури в ексикаторі (5.2). Зважують закриту чашку з точністю до 1 мг та занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми.

**8.3.5** Знову нагрівають чашку та кришку згідно з 8.3.3, однак протягом 1 год замість 3 год. Чашку накривають кришкою та дають охолонути до кімнатної температури в ексікаторі (5.2). Зважують закриту чашку з точністю до 1 мг та занотовують значення маси з точністю до четвертого знака після коми.

**8.3.6** Повторюють операції відповідно до 8.3.5, доки маса закритої чашки зменшиться на 2,0 мг або менше, або доки маса збільшиться між двома послідовними зважуваннями. Занотовують найменше значення маси чашки.

## 9 РОЗРАХОВУВАННЯ ТА ПОДАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

### 9.1 Розраховування

За допомоги нижченаведеного рівняння розраховують загальний вміст сухих речовин  $w_1$ , масова частка яких виражена у відсотках:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_0) - (m_3 - m_4)}{(m_1 - m_0)} \cdot 100 \%,$$

де  $m_0$  — числове значення маси підготовленої чашки (8.2.2), г;

$m_1$  — числове значення маси досліджуваної проби та чашки до сушіння (8.3.1), г;

$m_2$  — числове значення маси досліджуваної проби та чашки після сушіння (8.3.6), г;

$m_3$  — числове значення маси чашки, використаної для «сліпого» дослідження (8.1) за такий самий час сушіння (8.3.6), як  $m_2$ , г;

$m_4$  — числове значення маси підготовленої чашки (8.2.2), використаної для «сліпого» дослідження (8.1), г.

### 9.2 Подання результатів

Одержаний результат подають з точністю до двох знаків після коми.

## 10 ТОЧНІСТЬ

### 10.1 Міжлабораторні випробовування

Деталі міжлабораторних випробовувань на точність методу зазначені у додатку А. Значення, одержані в результаті цього випробовування, не можна застосовувати до рівнів концентрації та матриць, які відрізняються від заданих. На практиці для певних видів сиру можуть бути одержані вищі значення збіжності та відтворності.

### 10.2 Збіжність

Абсолютна різниця між двома незалежними окремими результатами випробовувань, одержаними за допомогою того самого методу на ідентичному дослідному матеріалі в тій самій лабораторії тим самим оператором, що використовував те саме устаткування, за короткий проміжок часу, не повинна у більше ніж 5 % випадків перевищувати 0,35 %.

### 10.3 Відтворність

Абсолютна різниця між двома окремими результатами випробовувань, одержаними за допомогою того самого методу на ідентичному дослідному матеріалі у різних лабораторіях різними операторами, що використовували різне устаткування, не повинна більше ніж у 5 % випадків перевищувати 0,55 %.

## 11 ПРОТОКОЛ ДОСЛІДЖЕННЯ

У протоколі дослідження треба зазначати:

- усю інформацію, необхідну для повної ідентифікації проби;
- використаний метод відбирання проб, якщо він відомий;
- використаний метод з посиланням на цей стандарт;
- усі деталі процесу, не зазначені у цьому стандарті, або зазначені як варіант, а також деталі будь-яких інцидентів, що могли вплинути на результат(-и) дослідження.
- одержаний результат (одержані результати) та, якщо перевіряли збіжність, остаточний одержаний і зафіксований результат.



ДОДАТОК А  
(довідковий)

## МІЖЛАБОРАТОРНІ ВИПРОБОВУВАННЯ

Було проведено міжнародні спільні випробовування за участю 12 лабораторій з двома різними методами чотирьох видів сиру. Одержані таким чином 8 досліджуваних проб були знову розділені на 16 знеособлених пар проб.

Випробовування було організовано СOKZ (NL). Усі значення наведено у масових частках.

Було проведено статистичне аналізування одержаних результатів згідно з ISO 5725-1 та SO 5725-2, щоб одержати показники точності, наведені в таблиці А.1.

Таблиця А.1 — Результати міжлабораторних випробовувань

	Сир 1 <sup>a)</sup>		Сир 2 <sup>b)</sup>		Сир 3 <sup>c)</sup>		Сир 4 <sup>d)</sup>	
	А	В	А	В	А	В	А	В
Кількість лабораторій, що брали участь, після врахування викидів	12	12	12	12	12	12	12	12
Середнє значення, %	57,94	58,59	58,87	59,45	46,06	41,38	52,43	51,55
Стандартний відхил збіжності, $s_r$ , %	0,088	0,096	0,113	0,118	0,102	0,107	0,142	0,125
Коефіцієнт варіації збіжності, %	0,15	0,16	0,19	0,20	0,22	0,25	0,27	0,24
Границя збіжності, $r (= 2,8s_r)$ , %	0,251	0,273	0,321	0,335	0,288	0,303	0,402	0,353
Стандартний відхил відтворності, $s_R$ , %	0,135	0,139	0,150	0,154	0,248	0,253	0,165	0,181
Коефіцієнт варіації відтворності, %	0,23	0,24	0,25	0,26	0,54	0,61	0,31	0,35
Границя відтворності, $R (= 2,8s_R)$ , %	0,383	0,393	0,444	0,457	0,735	0,751	0,489	0,536

a) Сир, у якому стадія ферментації пропіоновою кислотою відбувається під час виробничого процесу.  
b) Сир Гауда.  
c) Плавлений сир.  
d) Сир Брі.

## БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 707 Milk and milk products — Guidance on sampling<sup>1)</sup>
- 2 ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
- 3 ISO 5725-2 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.

## НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

- 1 ISO 707 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб
- 2 ISO 5725-1 Точність (достовірність та похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Загальні принципи і визначення
- 3 ISO 5725-2 Точність (достовірність та похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 2. Базовий метод визначення збіжності та відтворності для стандартного методу вимірювання.

<sup>1)</sup> Аналогічний IDF 50.

КНД 67.100.30

**Ключові слова:** сир, плавлений сир, апаратура, вміст сухих речовин, визначення, розра-  
хування, точність, контрольний метод.

---

Редактор О. Біндас  
Технічний редактор О. Касіч  
Коректор І. Дьячкова  
Верстальник І. Барков

---

Підписано до друку 06.02.2007. Формат 60 x 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. **361** Ціна договірна.

---

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