



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СИР АЛЬБУМІННИЙ

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)

(ISO 1854:1999, IDT)

ДСТУ ISO 1854:2005

Видання офіційне

БЗ № 3-2005/159

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2006

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Національний університет харчових технологій

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: А. Українець, д-р техн. наук; Л. Хомічак, д-с 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 1854:1999 Whey cheese — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Сир альбумінний. 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, 2006

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 Випробовування	4
9.1 Досліджувана проба	4
9.2 «Сліпі» досліді	4
9.3 Підготовлювання посудини для збирання жиру	4
9.4 Визначення	5
10 Обчислювання і обробляння результатів	7
10.1 Обчислювання	7
10.2 Обробляння результатів	7
11 Точність	7
11.1 Міжлабораторний дослід	7
11.2 Збіжність	7
11.3 Відтворність	7
12 Протокол випробовування	7
Додаток А Примітка до процедури визначення	8
Додаток В Альтернативна методика з використанням пробірок для екстрагування жиру із сифонним або промивним патрубками	9
Бібліографія	11

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 1854:1999 Whey cheese — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Сир альбумінний. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру (контрольний метод)).

Відповідальний за цей стандарт — Національний університет харчових технологій.

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту жиру в альбумінному сирі гравіметричним методом.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

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

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», «Термін та визначення поняття» та «Бібліографічні дані» — оформлено відповідно до вимог національної стандартизації України;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» та «Бібліографії» подано «Національні пояснення», виділені рамкою;

— до 5.5 внесено національну примітку щодо застосування петролейного ефіру;

— позначки одиниць вимірювання об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI) згідно з вимогами системи стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин;

— до розділу 7 «Відбирання проб» подано «Національну примітку», виділену рамкою;

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СИР АЛЬБУМІННИЙ

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)

СЫР АЛЬБУМИННЫЙ

Гравиметрический метод определения содержания жира
(контрольный метод)

WHEY CHEESE

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

Чинний від 2006–10–01

ЗАСТОРОГА! Застосовування цього стандарту передбачає використання небезпечних матеріалів, дій та устаткування. Цей стандарт не ставить за мету охопити всі проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Відповідальність за дотримання безпеки і правильність використання, а також за застосування необхідних обмежень, встановлених законом перед впровадженням цього стандарту, лежить на його користувачах.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту жиру в альбумінному сири.

Примітка. Якщо альбумінний сир не розчиняється в аміаку повністю або містить вільні жирні кислоти у значній кількості (тільки як виняток — їх тоді можна легко розрізнити за специфічним запахом), результат випробування буде занижким. Маючи справу з такими продуктами, треба використовувати один з методів, в основі яких лежить принцип Вейбулла—Бернтропа (див. ISO 8262-3).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому стандарті становлять положення цього національного стандарту. Для датованих посилань пізніші зміни до будь-якого з цих видань або перегляд їх не застосовують. Однак учасникам угод, базованих на цьому стандарті, необхідно визначити можливість застосування найновіших видань нормативних документів, наведених нижче. Члени IEC та ISO упорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

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

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

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

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використано такий термін з відповідним визначенням.

3.1 вміст жиру в альбумінному сири (*fat content of whey cheese*)

Масова частка речовин, визначена за методом, встановленим цим стандартом.

Примітка. Масову частку вмісту жиру виражають у відсотках (раніше позначали % (*m/m*)).

4 СУТЬ МЕТОДУ

Розчинення досліджуваної проби в аміаку та етиловому спирті та екстрагування діетиловим та петролейним ефірами. Видалення розчинників дистилюванням або випаровуванням. Визначення маси екстрагованих речовин.

Примітка. Зазвичай його називають принципом Розе—Готтліба.

5 РЕАКТИВИ

Використовують тільки реактиви визнаної якості, якщо тільки не зазначено інше, та здистильовану чи здемінералізовану воду, або принаймні воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

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

Реактиви не повинні залишати помітного осаду після проведення визначення за описаним методом (див. 9.2.2).

5.1 Розчин аміаку, масова частка NH_3 в якому приблизно дорівнює 25 % ($\rho_{20} \approx 910 \text{ г/дм}^3$).

Примітка. Якщо нема розчину аміаку саме такої концентрації, можна використовувати більш концентрований розчин, концентрація якого відома (див. 9.4.3).

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

5.3 Розчин Конго червоного

Розчин 1 г Конго червоного у воді у мірній колбі (6.14) з однією поділкою 100 см^3 . Доливають до поділки водою.

Примітка. Використовування цього розчину, що дозволяє більш чітко розрізнити поверхню розділу між розчинником і водяними шарами (див. 9.4.4), є лише одним з варіантів. Можна використовувати і інші водорозчинні барвники за умови, що вони не впливають на результати визначення.

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

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний дослід».

Примітка. Використовування діетилового ефіру може призвести до виникнення небезпечних ситуацій. Щоб не впливати на безпеку, проводять дослідження з метою замінення діетилового ефіру іншим реактивом за умови, що останній не впливатиме на кінцевий результат визначення.

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

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

Національна примітка

Нафту легку світлу (light petroleum) замінено на петролейний ефір. Цей реактив видобувають розгонкою бензинової фракції нафти і він являє собою легку фракцію, має ту саму температуру кипіння, що наведена в стандарті.

5.6 Змішаний розчинник

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

6 АПАРАТУРА

ЗАСТОРОГА! Внаслідок того, що метод визначення передбачає використання легких вогнебезпечних розчинників, уся використовувана електрична апаратура 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 хв^{-1} до 600 хв^{-1} і радіальним прискоренням від 80 g до 90 g на зовнішньому кінці колби або пробірки.

Примітка. Використовувати центрифугу необов'язково, але рекомендовано (див. 9.4.7).

6.3 Дистиляційний або випарний апарат для дистилювання розчинників і етилового спирту з колб для кип'ятіння або конічних колб, або для випарювання з хімічних склянок або чашок (див. 9.4.14) за температури, що не перевищує 100 °С.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням, з вентиляційним отвором (вентиляційними отворами), що повністю відкривається (відкриваються), придатна для підтримування температури (102 ± 2) °С у всьому її робочому просторі.

Шафа повинна бути забезпечена відповідним термометром.

6.5 Водяна баня, у якій може кипіти вода.

6.6 Колби Можоньє для екстрагування жиру згідно з ISO 3889.

Примітка. Можна також використовувати пробірки для екстрагування жиру із 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 використовуваних реактивів. Корки повинні бути очищені діетиловим ефіром (5.4), витримані 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 посудина для промивання для використання змішаного розчинника (5.6).

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 колби місткістю 250 см³ або металеві чашки.

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

6.10 Допоміжні матеріали для кипіння: знежирена непориста порцеляна або карбід кремнію (необов'язкові під час використання металевих чашок).

6.11 Мірні циліндри місткістю 5 см³ і 25 см³.

6.12 Піпетки градуйовані місткістю 10 см³.

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

6.14 Відповідний подрібнювач.

6.15 Мірна колба з однією поділкою місткістю 100 см³.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

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

<p>Національна примітка В Україні чинні ДСТУ ISO 707 та ГОСТ 26809.</p>
--

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

8 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОЇ ПРОБИ

Готують досліджувану пробу, використовуючи відповідний подрібнювач (6.14). Швидко перемішують подрібнену або протерту масу та, якщо є така можливість, подрібнюють вдруге. Знову ретельно перемішують. Подрібнювач чистять після підготовки всіх досліджуваних проб.

Якщо досліджувану пробу не можна подрібнити або протерти, її ретельно перемішують, інтенсивно розминаючи, наприклад товкачиком у ступі. Є небезпека втрат вологи під час подрібнення або протирання проби, цих втрат треба, наскільки це можливо на практиці, уникати.

Підготовлені досліджувані проби тримають у повітронепроникній тарі для проб до початку аналізування, яке має бути проведено того ж дня. Якщо затримування неминуче, вживають всіх заходів, щоб забезпечити належне зберігання проби. Якщо досліджувана проба зберігалася у холодильнику, забезпечують збирання всієї вологи, що сконденсувалася на внутрішній поверхні тари, та ретельне та рівномірне повернення цієї вологи до досліджуваної проби.

9 ВИПРОБОВУВАННЯ

Примітка 1. Якщо необхідно перевірити, чи дотримується межа збіжності (11.2), проводять два окремих випробування згідно з 9.1—9.4.

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

9.1 Досліджувана проба

Досліджувану пробу (розділ 8) перемішують, обережно обертаючи та перевертаючи посудину кілька разів. Відразу з точністю до 1 мг відважують біля 3 г підготовленої досліджуваної проби безпосередньо або за різницею до колби для екстрагування жиру (6.6).

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

9.2 «Сліпі» досліді

9.2.1 «Сліпий» дослід методу

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

Якщо величина, отримана в «сліпому» досліді, регулярно перевищує 1,0 мг, варто, якщо цього не було щойно зроблено, перевірити реактиви (9.2.2).

Виправлення на величину, більшу ніж 2,5 мг, треба записувати в протоколі випробування.

9.2.2 «Сліпий» дослід для реактивів

Щоб перевірити якість реактивів, проводять «сліпий» дослід згідно з 9.2.1. Додатково використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовлену згідно з 9.3, з метою перевірення 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 дистилюванням 100 см³ діетилового ефіру і петролейного ефіру відповідно. Використовують порожню посудину для збирання жиру, підготовлену для контролю, як описано вище, щоб визначити дійсну масу осаду, яка не повинна перевищувати 1,0 мг.

Дуже рідко трапляється, що розчинники можуть містити леткі речовини, які затримуються в жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід з усіма реактивами і для кожного розчинника, використовуючи посудину для збирання жиру з 1 г безводного молочного жиру. За потреби розчинники передистилюють у присутності 1 г безводного молочного жиру на 100 см³ розчинника. Розчинники використовують тільки протягом короткого часу після повторного дистилювання.

Замінюють незадовільні реактиви або розчинники, або передистилюють розчинники.

9.3 Підготовлювання 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 використанням скляних посудин для збирання жиру; їх застосування необов'язкове у разі 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 ексікатор, щоб уникнути недостатнього або тривалого охолодження.

Національна примітка

В Україні допустимо застосування ексікаторів.

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

Примітка 3. Щипці застосовують, зокрема, для того, щоб уникнути зміння температури.

9.4 Визначення

9.4.1 Визначення проводять без зволікання

Додають 10 см³ води, попередньо нагрітої до температури (65 ± 5) °С, до досліджуваної проби у колбі для екстрагування жиру (9.1), щоб загальний об'єм дорівнював від 10 см³ до 11 см³. За допомогою води досліджувану пробу повністю зливають до меншого відсіку колби для екстрагування жиру. Ретельно перемішують у меншому відсіку з досліджуваною пробою.

9.4.2 Нагрівають уміст колби для екстрагування жиру у киплячій воді на водяній бані (6.5). Час від часу обережно струшують — до повного диспергування досліджуваної проби. Залишають колбу на бані в киплячій воді протягом 20 хв. Після цього охолоджують колбу у проточній воді до кімнатної температури.

9.4.3 Додають 2 см³ розчину аміаку (5.1) або використовують еквівалентний об'єм більш концентрованого розчину аміаку (див. примітку в 5.1). Ретельно перемішують з досліджуваною пробою в маленькому відсіку колби.

9.4.4 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Обережно, але ретельно перемішують, дозволяючи вмісту колби для екстрагування жиру перетікати туди і назад між маленьким і великим відсіками. Не можна допускати попадання рідини занадто близько до шийки колби. За бажанням, додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3). За потреби, охолоджують колбу у проточній воді до кімнатної температури.

9.4.5 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають колбу для екстрагування жиру корком, насиченим водою або пробкою з іншого матеріалу, що змочується водою (6.6). Колбу інтенсивно струшують протягом 1 хв, спостерігаючи за тим, щоб не утворилися стійкі емульсії.

Струшуючи колбу для екстрагування жиру, її тримають у горизонтальному положенні малим відсіком догори, періодично переливаючи рідину з великого відсіку до маленького. За потреби, охолоджують колбу у проточній воді приблизно до кімнатної температури. Обережно виймають корок або іншу пробку і промивають її та шийку колби невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляний посуд для промивання (6.8) так, щоб увесь промивальний розчин стікав у колбу.

9.4.6 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають колбу для екстрагування жиру змоченим (зануренням у воду) корком або іншою пробкою. Знову обережно перемішують протягом 30 с, згідно з 9.4.4. Продовжують струшувати, згідно з 9.4.5.

9.4.7 Закрити колбу для екстрагування жиру центрифугують від 1 хв до 5 хв з радіальним прискоренням від 80 g до 90 g. 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 відокремитися від водного шару. За потреби, охолоджують колбу в проточній воді до кімнатної температури.

9.4.8 Обережно виймають корок або пробку з іншого матеріалу, промивають її і внутрішню поверхню шийки колби для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляний посуд для промивання (6.8) так, щоб увесь промивальний розчин стікав у колбу. Якщо поверхня розділу розташована нижче циліндричної частини колби, то її піднімають ледь вище цього рівня, обережно доливаючи воду по стінці колби (див. рисунок 1), щоб полегшити зливання розчинника.

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

9.4.9 Колбу для екстрагування жиру тримають за малий відсік і обережно зливають якомога більше шару, що спливає, в підготовлену посудину для збирання жиру (див. 9.3), у якій міститься трохи допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) у випадку використання вузькогорлої або конічної колби (необов'язково з металевими чашками). Не допускають зливання водного шару (див. рисунок 2).

9.4.10 Зовнішню поверхню шийки колби для екстрагування жиру промивають невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Цей промивальний розчин збирають у посудину для збирання жиру. Дбають про те, аби змішаний розчинник не розтікався по зовнішній поверхні колби для екстрагування жиру. За бажанням, розчинник або його частину видаляють з посудини для збирання жиру дистилуванням або випаруванням, згідно з 9.4.14.

9.4.11 5 см³ етилового спирту (5.2) додають до вмісту колби для екстрагування жиру. Етиловим спиртом споліскують внутрішню поверхню шийки колби та перемішують, згідно з 9.4.4.

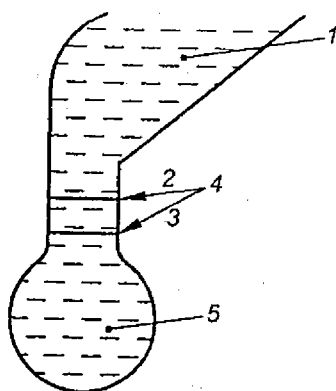
9.4.12 Проводять друге екстрагування, повторюючи операції, згідно з 9.4.5 до 9.4.9 включно. Замість 25 см³ використовують 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром змочують внутрішню частину шийки колби для екстрагування жиру.

За потреби, злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби, обережно доливаючи воду по її стінці (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання якомога повніше (див. рисунок 2).

9.4.13 Проводять третє екстрагування без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції, згідно з 9.4.5 до 9.4.9 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Знову діетиловим ефіром промивають внутрішню частину шийки колби для екстрагування жиру.

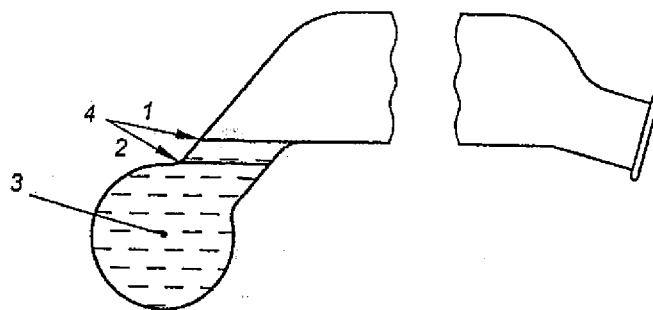
За потреби, злегка піднімають поверхню розділу до середини циліндричної частини колби, обережно доливаючи воду по її стінці (див. рисунок 1), щоб можна було провести остаточне зливання якомога повніше (див. рисунок 2).

Примітка. Для продуктів з умістом жиру менше ніж 3 % третє екстрагування не проводять.



Позначки:
 1 — розчинник;
 2 — друге та третє екстрагування;
 3 — перше екстрагування;
 4 — поверхня розділу;
 5 — водний шар.

Рисунок 1 — До зливання



Позначки:
 1 — друге та третє екстрагування;
 2 — перше екстрагування;
 3 — водний шар;
 4 — поверхня розділу.

Рисунок 2 — Після зливання

9.4.14 Якомога повніше видаляють розчинники (разом з етиловим спиртом) з посудини для збирання жиру дистилюванням, якщо використовують колбу для кип'ятіння або конічну колбу, або випарюванням, якщо використовують хімічну склянку або чашку (6.3). Внутрішню частину шийки конічної колби змочують невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6) перед дистилюванням.

9.4.15 Посудину для збирання жиру нагрівають протягом 1 год за температури 102 °С у сушильній шафі (6.4), причому колбу для кип'ятіння або конічну колбу кладуть набік, щоб видалити пари розчинника. Посудину для збирання жиру виймають з шафи і негайно перевіряють, чи жир прозорий чи ні. Якщо жир непрозорий, можна припустити наявність сторонніх жирних речовин, і тоді необхідно повторити всю процедуру. Якщо жир прозорий — посудину для збирання жиру, захищаючи від пилу, охолоджують (бажано не в ексікаторі) до температури приміщення, де відбувається зважування (скляну посудину — не менше ніж 1 год, металеву чашку — не менше ніж 30 хв).

Національна примітка
 В Україні допустимо застосування ексікаторів.

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

9.4.16 Посудину для збирання жиру нагрівають ще протягом 30 хв за температури 102 °С у сушильній шафі (6.4), причому колбу для кип'ятіння або конічну колбу кладуть набік, щоб видалити пари

розчинника. Охолоджують і ще раз зважують, згідно з 9.4.15. За потреби, повторюють процедури нагрівання і зважування доти, доки маса посудини для збирання жиру не зменшиться на 1,0 мг або ще менше, або не збільшиться між двома послідовними зважуваннями. Записують найменшу масу як масу посудини для збирання жиру та екстрагованої речовини.

10 ОБЧИСЛЮВАННЯ І ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

10.1 Обчислювання

Уміст 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, %;
- m_0 — маса досліджуваної проби (9.1), г;
- m_1 — маса посудини для збирання жиру і екстрагованої речовини, згідно з 9.4.16, г;
- m_2 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (9.3), г;
- m_3 — маса посудини для збирання жиру, яку використовували в «сліпому» досліді (9.2), і екстрагованої речовини, згідно з 9.4.16, г;
- m_4 — маса посудини для збирання жиру (9.3), яку використовували в «сліпому» досліді (9.2), г.

10.2 Оброблення результатів

Результат округляють до другого знаку після коми.

11 ТОЧНІСТЬ

11.1 Міжлабораторний дослід

Деталі міжлабораторного досліді згідно з ISO 5725* щодо точності методу опубліковано в [6].

Значення меж збіжності і відтворності виражені для вірогідності 95 % і їх не можна застосовувати до будь-яких інших діапазонів концентрацій, крім наведених тут.

11.2 Збіжність

Абсолютна різниця результатів двох окремих незалежних дослідів, отриманих у результаті використання того самого методу, на тій самій досліджуваній пробі, 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 0,2 %.

11.3 Відтворність

Абсолютна різниця результатів двох окремих незалежних дослідів, отриманих за допомогою того самого методу, на тій самій досліджуваній пробі, у різних лабораторіях, різними операторами, використовуючи різне устаткування, буде не більше ніж у 5 % випадків перевищувати масову частку 0,3 %.

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити:

- усю інформацію, необхідну для повної ідентифікації проби;
- метод відбирання проб, що його використовували, якщо він відомий;
- метод досліді, що його використовували, разом з посиланням на цей стандарт;
- усі деталі проведення випробовування, не зазначені у цьому стандарті, або зазначені як необов'язкові, разом з деталями всіх інцидентів, що могли вплинути на результат(и) досліді;
- зроблені виправлення, якщо в результаті «сліпого» досліді для методу отримано величину, яка перевищує 2,5 мг;
- отриманий результат (отримані результати) досліді;
- якщо було перевірено збіжність, отриманий при цьому остаточний результат.

* ISO 5725:1986 (зараз не чинний). Використовували для інформації про точність.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ПРИМІТКА ДО ПРОЦЕДУРИ ВИЗНАЧЕННЯ

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

У цьому «сліпому» досліді треба використовувати посудину для збирання жиру, призначену для контролю маси, щоб змінення температури в кімнаті, 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 відхил уявної маси ($m_3 - m_4$ у 10.1) контрольної посудини для збирання жиру треба розглядати під час перевірення 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 1,0 мг.

Дуже рідко трапляється, що розчинники можуть містити леткі речовини, які дуже затримуються у жирі. Якщо є ознаки присутності таких речовин, проводять «сліпий» дослід зі всіма реактивами, використовуючи для кожного розчинника посудину для збирання жиру з приблизно 1 г зневодненого молочного жиру. За потреби, 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 визначенням (див. 9.2.1)

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 змінення температури кімнати, де проводили зважування, і деякі розходження температур між посудиною для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, за два зважування (9.4.16 і 9.3).

За сприятливих умов (невеликі значення «сліпих» дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, тривалість 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 визначення. Часто нехтують і децю більшими величинами (позитивними і негативними) — до 2,5 мг. Після виправлення на ці величини результат буде усе ще точним. Коли зроблено виправлення більше ніж 2,5 мг, про це треба зазначити в протоколі випробовування (розділ 12).

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

А.3 Перевірення на пероксиди

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

Можна застосовувати інші придатні методи перевірення на пероксиди.

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

Цинкову фольгу нарізають смужками, щоб вони діставали до середини пляшки, яка 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) (CuSO₄ · 5 H₂O) і 98%-ву сірчану кислоту, концентрацією 2 см³/дм³.

Обережно, 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 визначення.

А.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 передбачає його застосовування в контрольних методах.

В інших країнах застосовують діетиловий ефір з 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 виправлення систематичних помилок, що виникають через антиоксидантний осад. Для контрольних цілей такий ефір треба перед використанням завжди дистилювати.

А.5 Етиловий спирт

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

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, дотримуються процедури, описаної в цьому додатку. Пробірки повинні мати корки або інші якісні пробки, як визначено 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 діють згідно з 9.1, але використовуючи пробірки для екстрагування жиру (див. примітку в 6.6 і рисунок В.1). Досліджувану пробу треба перенести якомога повніше на дно пробірки для екстрагування жиру.

В.2.3 «Сліпий» дослід

Див. 9.2 і А.2.

В.2.4 Готування посудини для збирання жиру

Див. 9.3.

В.2.5 Визначення

В.2.5.1 Визначення проводять без зволікання.

Додають близько 10 см³ води, попередньо нагрітої до температури 65 °С до досліджуваної проби у пробірці для екстрагування жиру (В.2.2), щоб загальний об'єм дорівнював від 10 см³ до 11 см³. За допомогою води досліджувану пробу повністю зливають на дно пробірки. Ретельно перемішують.

В.2.5.2 Нагрівають уміст пробірки у киплячій воді на водяній бані (6.5). Час від часу обережно струшують до повного диспергування жиру. Залишають пробірку на бані в киплячій воді протягом 20 хв.

В.2.5.3 Додають 2 см³ розчину аміаку (5.1) або еквівалентну кількість більш концентрованого розчину аміаку (див. примітку в 5.1). Ретельно перемішують з попередньо підготовленою досліджуваною пробкою на дні пробірки.

В.2.5.4 Додають 10 см³ етилового спирту (5.2). Обережно, але ретельно перемішують із сумішшю на дні пробірки для екстрагування жиру. За бажанням, додають 2 краплі розчину Конго червоного (5.3).

В.2.5.5 Додають 25 см³ діетилового ефіру (5.4). Закривають пробірку для екстрагування жиру корком, насиченим водою, або пробкою з іншого матеріалу, змочену водою (6.6). Пробірку інтенсивно струшують, постійно перевертаючи (проте не занадто інтенсивно, аби не утворилися стійкі емульсії), протягом 1 хв. За потреби охолоджують пробірки у проточній воді до кімнатної температури. Обережно виймають корок або іншу пробку, змочують її та шийку пробірки невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Використовують скляний посуд для промивання (6.8) так, щоб увесь промивальний розчин стікав у пробірку.

В.2.5.6 Додають 25 см³ петролейного ефіру (5.5). Закривають пробірку для екстрагування жиру заново змоченим (зануренням у воду) корком або іншою пробкою. Обережно струшують пробірку протягом 30 с, згідно з В.2.5.5.

В.2.5.7 Закриту пробірку для екстрагування жиру центрифугують від 1 хв до 5 хв з радіальним прискоренням від 80 g до 90 g. Якщо немає центрифуги, закриту пробірку залишають у штативі (6.7) протягом як мінімум 30 хв, поки шар, що спливає, не стане прозорим і чітко не виокремиться від водного шару. За потреби, пробірку охолоджують у проточній воді до кімнатної температури.

В.2.5.8 Обережно виймають корок або іншу пробку, та обполіскують її та шийку пробірки для екстрагування жиру невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Скляну посудину для промивання (6.8) використовують так, щоб увесь промивальний розчин стікав у пробірку.

В.2.5.9 У пробірку для екстрагування жиру вставляють сифонний або промивний патрубок. Вставляють довгий внутрішній кінець патрубку, поки вхідний отвір не буде приблизно на 4 мм вище поверхні розділу шарів. Внутрішній кінець патрубку повинен бути паралельним осі пробірки для екстрагування жиру.

Обережно переміщують шар, який спливає, з пробірки для екстрагування жиру у посудину для збирання жиру (див. 9.3), що містить трохи допоміжних матеріалів для кипіння (6.10) — у випадку використання колби для кип'ятіння або конічної колби (необов'язково для металевих чашок). Уникають переміщення водного шару. Змочують випускний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи увесь промивальний розчин в одну посудину для збирання жиру.

Примітка. Шар, що сплив, може бути переміщено з пробірки для екстрагування жиру за допомогою, наприклад, гумової груші, прикріпленої до короткого стрижня для створення тиску.

В.2.5.10 Послаблюють патрубок біля шийки пробірки для екстрагування жиру. Потім патрубок злегка піднімають і змочують нижню частину їх довгого внутрішнього кінця невеликою кількістю змішаного розчинника (5.6). Опускають і заново вставляють патрубок, збираючи увесь промивальний розчин у посудину для збирання жиру.

Знову змочують випускний отвір патрубку невеликою кількістю змішаного розчинника, зливаючи увесь промивальний розчин в посудину для збирання жиру. За бажанням, видаляють розчинник або його частину з посудини для збирання жиру дистилюванням або випарюванням, згідно з 9.4.14.

В.2.5.11 Знову послаблюють патрубок біля шийки. Злегка піднявши патрубок, додають 5 см³ етилового спирту до вмісту пробірки для екстрагування жиру. Етиловим спиртом змочують довгий внутрішній кінець патрубку. Перемішують, згідно з В.2.5.4.

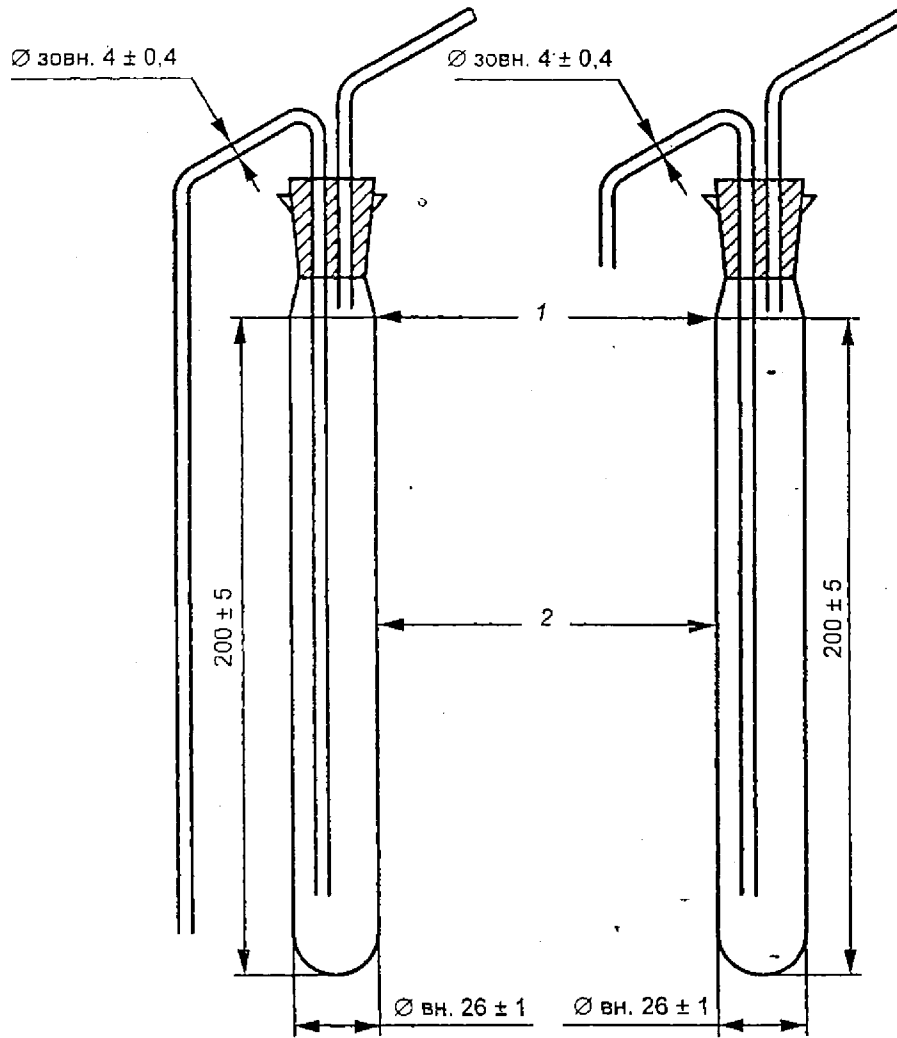
В.2.5.12 Проводять друге екстрагування, згідно з В.2.5.5 до В.2.5.10.

Замість 25 см³ використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру (5.4) і 15 см³ петролейного ефіру (5.5). Діетиловим ефіром змочують довгий внутрішній кінець патрубку, виймаючи патрубок з пробірки для екстрагування жиру після попереднього екстрагування.

В.2.5.13 Проводять третє екстрагування, без додавання етилового спирту, знову повторюючи операції згідно з В.2.5.5—В.2.5.10. Знову використовують тільки 15 см³ діетилового ефіру і 15 см³ петролейного ефіру. Діетиловим ефіром обполіскують довгий внутрішній кінець, згідно з В.2.5.12.

Примітка. Для продуктів, уміст жиру в яких менше ніж 3 %, третє екстрагування можна не проводити.

В.2.5.14 Далі діють згідно з 9.4.14—9.4.16.



а) із сифонним патрубком

б) з промивним патрубком

Позначки:

1 — місткість до цього рівня, якщо патрубки вийнято, $(105 \pm 5) \text{ см}^3$;

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

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 definitions
- 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 of a standard measurement method
- 5 ISO 8262-3 Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 3: Special cases
- 6 International Dairy Federation. Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed., No. 235, 1988.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

1 ISO 707:1997 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб

2 ISO 5725:1986 Точність методів досліджування. Визначення збіжності та відтворності стандартного методу досліджування через міжлабораторні досліді

3 ISO 5725-1:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 1. Загальні принципи і визначення

4 ISO 5725-2:1994 Точність (достовірність і похибка) методів і результатів вимірювання. Частина 2. Базовий метод визначення збіжності та відтворності для стандартного методу вимірювання

5 ISO 8262-3 Молочні продукти та харчові продукти на основі молока. Визначення вмісту жиру гравіметричним методом Вейбулла—Бернтропа (арбітражний метод). Частина 3. Особливі випадки

6 Міжнародна молочна федерація. Спільні міжлабораторні дослідження. Другий випуск. Бюлетень Міжнародної молочної федерації, № 235, 1988 р.

УКНД 67.100.30

Ключові слова: сир альбумінний, апаратура, вміст жиру, визначення, обчислювання, точність, контрольний метод.

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

Підписано до друку 06.12.2006. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. **4060** Ціна договірна.

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