



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СИР І ПЛАВЛЕНИЙ СИР

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)
(ISO 1735:1987, IDT)

ДСТУ ISO 1735:2005

Видання офіційне

БЗ № 3-2005/158

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 1735:1987 Cheese and processed cheese products — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method). (Сир і плавлений сир. 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	2
2 Нормативні посилання	2
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	10

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад міжнародного стандарту ISO 1735:1987 Cheese and processed cheese products — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) (Сир та плавлений сир. 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 сирі та плавленому сирі гравіметричним методом.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- замінено назву стандарту згідно з вимогами національної стандартизації;
- 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;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» подано «Національне пояснення», виділене рамкою;
- позначки одиниць вимірювання об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI) згідно з ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин;
- у розділах 5 «Реактиви», 7 «Відбирання проб», 8 «Досліджування» наведено «Національні примітки», виділені рамкою.

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СИР І ПЛАВЛЕНИЙ СИР

Гравіметричний метод визначення вмісту жиру
(контрольний метод)

СЫР И ПЛАВЛЕННЫЙ СЫР

Гравиметрический метод определения содержания жира
(контрольный метод)

CHEESE AND PROCESSED CHEESE PRODUCTS

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

Чинний від 2006–10–01

ВСТУП

Це друге видання ISO 1735, яке було розроблено для встановлення певних гармонізованих методів, наскільки це було можливо, гравіметричного визначення вмісту жиру у молоці, молочних продуктах та харчових продуктах на основі молока. Ці методи основані або на принципі Розе-Готтліба (РГ), або Вейбулла-Бернтропа (ВБ), або Шмідт-Бондзинського—Ратцлава (ШБР).

Метод, що базується на принципі ШБР, у якому застосовують розщеплення соляною кислотою, було обрано через те, що:

а) багато видів сиру та продуктів із сиру не дуже розчиняються в аміаку і, таким чином, не можуть бути досліджені згідно з методом, що базується на принципі РГ, застосованому для молока та більшості молочних продуктів;

б) через розщеплення жирів дозрілі сири містять вільні жирні кислоти, які не екстрагуються аміачним розчином;

с) через низький вміст лактози (масова частка менше ніж 5 % від сухої речовини) всі сири та продукти з сиру можна досліджувати згідно з принципом ШБР, що дає задовільні результати.

Взагалі, цей метод не придатний як контрольний метод для свіжих сирів, наприклад, домашнього чи кисломолочного сирів, які мають вищий вміст лактози — до 25 % (масова частка від загального вмісту інших, ніж жир, сухих речовин). Також можна очікувати труднощів з деякими видами свіжого сиру, особливо домашнього сиру, через його надмірну неоднорідність та неможливість забезпечити на практиці однорідність досліджуваної проби. У таких випадках треба надати перевагу методу ВБ згідно з ISO 8262-3¹⁾, де досліджувану пробу беруть більшої маси. Це саме стосується і свіжих сирів з додаванням фруктів, сиропу, мюслі тощо.

¹⁾ ISO 8262-3 Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 3: Special cases (Молоко та продукти на основі молока. Визначення вмісту жиру гравіметричним методом Вейбулла-Бернтропа (арбітражний метод). Частина 3. Особливі випадки).

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначення вмісту жиру в сирі усіх видів та у плавленому сирі, які мають вміст лактози нижчий ніж 5 % (масова частка) від загального вмісту інших, ніж жир, сухих речовин.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті використано 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 5534 Cheese and processed cheese — Determination of total solids content (Reference method).

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 707 Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб

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

ISO 5534 Сир та плавлений сир. Визначення загального вмісту сухих речовин (контрольний метод).

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використано такий термін з відповідним визначенням поняття:

3.1 вміст жиру в сирі та плавленому сирі (*fat content of cheese and processed cheese products*)

Усі речовини, визначені за методом, встановленим у цьому стандарті.

Масову частку виражають у відсотках.

4 СУТЬ МЕТОДУ

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

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, підготовлену згідно з 8.4. Осад реактивів не повинен бути більшим ніж 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, $\rho_{20} \approx 1,125$ г/см³.

Доливають 675 см³ соляної кислоти ($\rho_{20} \approx 1,18$ г/см³) 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 «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 °С до 60 °С.

Національна примітка

Нафта легка, світла («light petroleum») замінена на петролейний ефір. Цей реактив видобувають розгонкою бензинової фракції нафти і він є легкою фракцією, має ту саму температуру кипіння, що наведена в стандарті.

5.5 Змішаний розчинник, приготовлений незадовго перед використанням змішуванням в однакових обсягах діетилового ефіру (5.3) і петролейного ефіру (5.4).

6 АПАРАТУРА ТА МАТЕРІАЛИ

ЗАСТОРОГА! Метод визначення передбачає використання летких вогнебезпечних розчинників, тому вся використовувана електрична апаратура повинна відповідати нормам безпеки під час застосування 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 8.5.13) за температури, що не перевищує 100 °С.

6.4 Сушильна шафа з електричним нагріванням та вентиляційним(-и) отвором(-ами), що повністю відкритий(відкриті), здатна підтримувати температуру (102 ± 2) °С у всьому її робочому просторі. Вона має бути оснащена відповідним термометром; або

Вакуумна сушильна шафа, в якій можна підтримувати температуру від 70 °С до 75 °С за 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 описаний у додатку. За бажанням 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 реактиви, що їх використовують. Корки мають бути очищені діетиловим ефіром (5.3), витримані у воді з температурою 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 (або пробірок) (див. 6.6).

¹⁾ Політетрафторетілен.

6.8 Посудина для промивання, призначена 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, діаметром 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 (необов'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 склянок і чашок.

6.14 Листи целюлозної плівки нелакованої, що може розчинятися у соляній кислоті, товщиною від 0,03 мм до 0,05 мм та розміром приблизно 50 мм × 75 мм. Ці листи повинні бути інертними в умовах досліджування.

6.15 Відповідний пристрій для подрібнення або протирання, який легко чистити, для приготування проби.

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 і молочні продукти. Правила приймання, методи відбирання і готування проб до аналізування).

Усі лабораторні проби треба зберігати за температури від 0 °С до 4 °С з моменту відбирання проби до початку досліджування.

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 проби³⁾

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

Готують пробу за допомогою відповідного пристрою (6.15). Швидко перемішують подрібнену або протерту пробу та, якщо це можливо, подрібнюють удруге та знову ретельно перемішують. Пристрій чистять після готування кожної проби. Якщо пробу не можна подрібнити або протерти, її ретельно перемішують, інтенсивно розминаючи, наприклад, товчачиком у ступі.

Підготовлену пробу тримають у повітронепроникній тарі до початку аналізування, яке треба провести того ж дня. Якщо затримування неминуче, вживають всіх заходів для забезпечення належного зберігання проби. Якщо досліджувана проба зберігалася у холодильнику, забезпечують збирання всієї вологи, що сконденсувалася на внутрішній поверхні тари, та ретельне, рівномірне повернення цієї вологи до досліджуваної проби.

8.2 Досліджувана проба

Обережно перемішують досліджувану пробу (8.1) та негайно відважують з точністю до 1 мг безпосередньо до колби для екстрагування жиру (6.6) або до склянки чи колби об'ємом 100 см³, від 1 г до 3 г досліджуваної проби (3 г для сирів з вмістом жиру до 30 % (масова частка) і від 1 г

³⁾ Для кожного окремого виду сиру можна застосовувати особливу технологію, що може бути відображено в окремих стандартах, підготовлених на базі Кодексу принципів щодо молока та молочних продуктів ФАО/ВОЗ.

до 3 г для сирів, що мають вищий вміст жиру — від 750 мг до 1000 мг). Досліджувану пробу можна також зважити на листі целюлозної плівки (6.14), яку після того складають та поміщають у посудину обраного типу.

Досліджувану пробу слід якомога повніше перенести до нижнього (меншого) відсіку колби для екстрагування або на дно стакана чи колби.

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 Підготовлення 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 металеві 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 ексікатор, щоб уникнути недостатнього або занадто тривалого охолодження.

Національна примітка

В Україні допустиме застосування ексікаторів.

8.5 Визначання

8.5.1 Додають, залежно від форми пристрою для екстрагування, від 8 см³ до 10 см³ соляної кислоти (5.1), аби змити досліджувану пробу до меншого відсіку колби для екстрагування, або на дно склянки чи колби, та перемішати.

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 30 хв у киплячій водяній бані або дають спокійно покипіти над полум'ям, або на плитці протягом 10 хв. Охолоджують, наприклад, у проточній воді.

8.5.4 Якщо розщеплення було здійснено у пристрої для екстрагування, додають 10 см³ етилового спирту (5.2) та перемішують обережно, але ретельно, даючи можливість умісту колби перетікати туди і назад між її двома відсіками; уникаючи попадання рідини занадто близько до шийки колби.

Якщо розщеплення було здійснено не у колбі для екстрагування, а в іншій посудині, виливають уміст посудини у колбу для екстрагування. Послідовно додають 10 см³ етилового спирту (5.2), 25 см³ діетилового ефіру (5.3) та 25 см³ петролейного ефіру (5.4), кожного разу виливаючи 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 см³ 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 так, щоб її менший відсік опинився 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 із 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 см³ 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 Закрити колбу центрифугують від 1 хв до 5 хв з радіальним прискоренням 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, колбу охолоджують у 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 показано 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 кип'ятіння (6.10), необхідними у разі використання колб (якщо використовують металеві чашки, наявність допоміжних матеріалів для кип'ятіння необов'язкова), у 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 розтікся по зовнішній поверхні колби для екстрагування.

Якщо це бажано, весь розчинник або його частину можна видалити з посудини екстрагуванням або випарюванням згідно з 8.5.13.

8.5.11 Виконують друге екстрагування з додаванням етанолу, повторюючи процедуру згідно з 8.5.5 і 8.5.10 включно, але беруть 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, піднімають поверхню розділу трохи вище середини циліндричної частини колби (див. рисунок 1), щоб у кінці вимірювання можна було якомога повніше злити розчинник (див. рисунок 2).



Рисунок 1 — До зливання (8.5.8, 8.5.11, 8.5.12)

Рисунок 2 — Після зливання (8.5.9, 8.5.11, 8.5.12)

8.5.12 Проводять третє екстрагування (без додавання етилового спирту), знову повторюючи процедуру, описану у 8.5.5—8.5.9 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.3) і 15 см³ петролейного ефіру (5.4). Використовують діетиловий ефір, щоб змочити 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 вмістом жиру, що дорівнює 3 % (за масою), або меншим, третє екстрагування не проводять.

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

8.5.14 Нагрівають посудину для збирання жиру (колбу кладуть набік, щоб вийшли пари розчинника) у сушильній шафі (6.4), де підтримується температура (102 ± 2) °C протягом 1 год. Виймають посудину для збирання жиру з шафи, дають охолонути (не в ексикаторі, але 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.

Не можна витирати посудину безпосередньо перед зважуванням. Посудину ставлять на ваги за допомогою щипців (зокрема, щоб уникнути змін температури).

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

8.5.16 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 розчинилася в петролейному ефірі, визначають масу жиру як різницю між остаточною масою посудини, що містить екстраговані речовини (див. 8.5.15) та її початковою масою (див. 8.4).

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

Примітка. Згідно з національним законодавством таке екстрагування може бути визнано обов'язковим або завжди, або у конкретних випадках.

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 таким чином, аби розчинник не розтікався по зовнішній поверхні посудини. Видаляють з посудини пари петролейного ефіру, нагріваючи її у сушильній шафі (6.4), де підтримується температура (102 ± 2) °C протягом 1 год, дають охолонути та зважують згідно з 8.5.14 та 8.5.15.

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, 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 8.5.17, г;

m_3 — маса підготовленої посудини для збирання жиру, яку використовували в «сліпому» досліді (8.3) та будь-якої екстрагованої речовини, визначеної згідно з 8.5.15, г;

m_4 — маса підготовленої посудини для збирання жиру (див. 8.4), яку використовували в «сліпому» досліді (8.3), або, за наявності нерозчинного матеріалу, посудини для збирання жиру та нерозчинного залишку, визначеного згідно з 8.5.17, г.

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

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

$$w_f \cdot \frac{100}{w_d},$$

де w_f — вміст жиру в пробі, розрахований згідно з 9.1.1;

w_d — вміст сухої речовини у пробі, визначений згідно з ISO 5534.

9.2 Точність

Примітка. Значення меж збіжності і відтворності виражені для вірогідності 95 %, виходячи з результатів міжлабораторного досліді, виконаного згідно з ISO 5725¹⁾.

9.2.1 Збіжність

Різниця між двома окремими результатами, отриманими на тому самому досліджуваному матеріалі тим самим оператором протягом короткого проміжку часу не повинна перевищувати 0,2 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 0,3 г²⁾ 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 в температурному режимі кімнати, де проводяться зважування, або зміни температури посудини для збирання жиру не призвели до помилкових висновків щодо присутності або відсутності нелетких речовин в екстракті реактивів. Цю посудину для збирання жиру можна використовувати як протизвагу 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, зміна уявної маси посудини для збирання жиру, скорегована на видиму зміну маси контрольної посудини для збирання жиру, не повинна 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 атмос-

¹⁾ ISO 5725 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standart test method by inter-laboratory tests (Точність методів дослідження. Міжлабораторні досліді для визначення збіжності та відтворюваності).

²⁾ Ця величина — тимчасова.

ферних умовах кімнати, де проводилися зважування, і деякі розбіжності між температурою посудини для збирання жиру і кімнатою, де проводили зважування, під час двох зважувань (8.4 та 8.5.15 чи 8.5.17).

За сприятливих умов (невеликі значення «сліпих» дослідів на реактиви, постійна температура кімнати, де проводять зважування, достатній час охолодження посудини для збирання жиру) величина, як правило, буде менше ніж 0,5 мг і, отже, нею можна знехтувати під час зважування у випадку звичайного визначення. Також часто зустрічаються і дещо вищі (позитивні і негативні) величини – до 2,5 мг. Після врахування цих величин результат буде усе ще точним. Коли виправлення буде більше ніж 2,5 мг, це треба зазначити в протоколі дослідження (розділ 11).

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

10.3 Перевіряння на пероксиди в діетиловому ефірі

Для проведення досліду на пероксиди до 10 см³ діетилового ефіру додають 1 см³ свіжо-приготованого 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, що містить діетиловий ефір; використовують приблизно 80 см² фольги на 1 дм³ діетилового ефіру.

Смужки фольги перед використанням повністю занурюють на 1 хв у розчин, що містить 10 г водного сульфату міді (II) (CuSO₄·5H₂O) та 2 см³ концентрованої (масова частка 98 %) сірчаної кислоти на 1 дм³. Обережно, але ретельно смужки мийуть водою; вологі, покриті міддю смужки кладуть до пляшки з діетиловим ефіром і там залишають.

Можна використовувати 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 усуває прямого застосування з метою контролювання.

В інших країнах є лише діетиловий ефір зі значно вищим вмістом антиоксиданту, наприклад, до 7 мг/кг. Такий ефір можна використовувати 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 додавання метилового спирту, може бути використаний лише за умови, що речовина, якою денатурують, не вплине на результат визначення.

11 ПРОТОКОЛ ДОСЛІДЖЕННЯ

У протоколі дослідження має бути зазначено 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 ця величина перевищує 2,5 мг.

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

ДОДАТОК
(обов'язковий)

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

(див. рисунок 3)

А.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.

А.1 Процедура

А.1.1 Готування досліджуваної проби

Див. 8.1.

А.1.2 Досліджувана проба

Далі діють згідно з 8.2, 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.

А.1.3 «Сліпий» дослід

Див. 8.3 та 10.2.

А.1.4 Підготовлення посудини для збирання жиру

Див. 8.4.

А.1.5 Визначення

А.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.

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

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

А.1.5.3 Дають посудині постояти від 20 хв до 30 хв у киплячій водяній бані, або дають спокійно покипіти над полум'ям або на плитці протягом 10 хв. Охолоджують, наприклад, у проточній воді.

А.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.

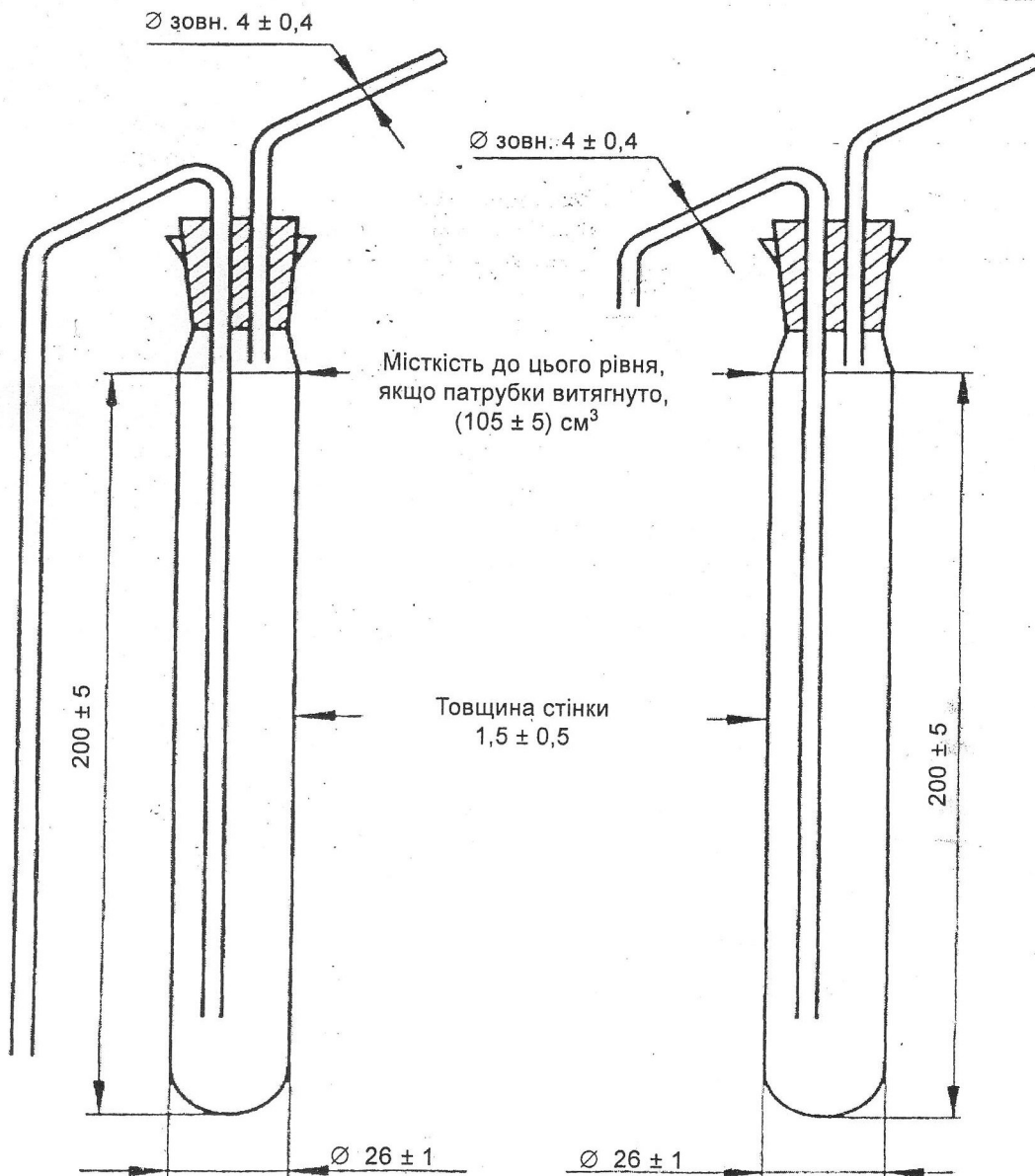
Якщо розщеплення було здійснено не у пробірці для екстрагування, а в іншій посудині, виливають уміст посудини у пробірку для екстрагування. Послідовно вмивають 10 см³ етилового спирту (5.2), 25 см³ діетилового ефіру (5.3) та 25 см³ петролейного ефіру (5.4), кожного разу виливаючи розчинник у пробірку 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 А.1.5.5 та А.1.5.6 відповідно.

А.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 надто інтенсивно (аби не утворилися стійкі емульсії) протягом 1 хв. За потреби, 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.

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

А.1.5.7 Закрити пробірку центрифугують від 1 хв до 5 хв 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.

Розміри у міліметрах



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 пробірки.

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 осі пробірки для екстрагування.

Обережно переміщують шар, який спливає, з пробірки до підготовленої посудини 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 8.5.13.

A.1.5.11 Виконують друге екстрагування, повторюючи процедуру згідно з A.1.5.5—A.1.5.10 включно, але беруть 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 Проводять третє екстрагування (без додавання етилового спирту), знову повторюючи процедуру, описану у A.1.5.5—A.1.5.10 включно, використовуючи 15 см³ діетилового ефіру (5.3) і 15 см³ петролейного ефіру (5.4) та змочуючи довгий внутрішній кінець патрубку, як описано в A.1.5.11.

Примітка. Для продуктів з умістом жиру, рівним 3 % або меншим, третє екстрагування не проводять.

A.1.5.13 Виконують операції згідно з 8.5.13—8.5.17 включно.

УКНД 67.100.30

Ключові слова: молочні продукти, сир, плавлений сир, хімічний аналіз, гравіметричний метод, апаратура, вміст жиру, визначення вмісту, розраховування, точність.

Редактор **О. Біндас**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Макарчук**
Верстальник **Ю. Боровик**

Підписано до друку 06.02.2007. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. **358** Ціна договірної.

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