

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ И ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2001

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Консервы молочные и продукты молочные сухие. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 января 2001 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

© ИПК Издательство стандартов, 2001

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

Методы определения жира

Canned milk.
Methods for determination of fatГОСТ
29247—91

ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные и сухие молочные консервы и устанавливает кислотные методы определения массовой доли жира.

Кислотный метод основан на выделении жира из молочных консервов под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиroma.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молочных консервов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Жиromеры (бутиromетры) стеклянные: для сгущенных консервов — 1—5, 1—6, 1—7; для сухих консервов — 1—40 по ГОСТ 23094 или ТУ 25—2024.019.

Пробки резиновые для жиromеров по ТУ 38—105—1058.

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Ареометр АОН-1 700—1840 или АОН-2 1000—2000 и цилиндр — 3 39/265 по ГОСТ 18481.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления 0,5 или 1,0 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга для измерения массовой доли жира молока и молочных продуктов по нормативно-технической документации с частотой вращения не менее 1100 с⁻¹.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (65±2) °С.

Стаканы В-1—25, В-1—50, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Приборы для отмеривания изоамилового спирта и серной кислоты вместимостью, соответственно, 1 и 10 см³ по ГОСТ 6859.

Цилиндр 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Колба 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—10, 77 по НТД.

Воронка В-36—50, В-26—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Штатив для жиromеров.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Спирт изоамиловый, сорт А по ГОСТ 5830.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА
В СГУЩЕННЫХ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВАХ

3.1. Метод определения в отдельных навесках

3.1.1. Проведение анализа

3.1.1.1. Взвешивают в два стакана вместимостью 25 или 50 см³ с отсчетом показаний до 0,005 г по 4,40 г сгущенного молока с сахаром, кофе, какао со сгущенным молоком с сахаром, сгущенного

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

стерилизованного молока или по 2,20 г сгущенных сливок с сахаром, кофе, какао со сгущенными сливками с сахаром. Затем приливают по 4—5 см³ серной кислоты плотностью 1500—1550 кг/м³. Содержимое перемешивают стеклянными палочками до получения однородной массы, переливают без потерь через маленькую воронку в два жиромера, помещенные в штатив, смывая стаканчик, воронку и палочку кислотой той же концентрации. Общий объем израсходованной кислоты должен составлять 16,5—17,5 см³ и уровень жидкости в жиромере должен быть на 4—6 мм ниже основания горлышка жиромера, что регулируют добавлением кислоты. Добавляют по 1 см³ изоамилового спирта.

3.1.1.2. Жиромеры закрывают сухими пробками, вводя их немного более чем наполовину в горловину жиромеров. Смешивают содержимое жиромеров, энергично встряхивая и переворачивая 2—3 раза до полного растворения белковых веществ.

3.1.1.3. Устанавливают жиромеры пробкой вниз в водяную баню при температуре $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$ на 7—10 мин для сгущенного молока и сгущенных сливок и на 30 мин для сгущенных консервов с кофе и какао.

В течение этого времени жиромеры несколько раз вынимают из бани и энергично встряхивают.

3.1.1.4. Жиромеры вставляют в патроны центрифуги, направляя градуированную часть к центру и центрифугируют в течение 5 мин, считая время с момента достижения скорости вращения. При нечетном числе жиромеров с анализируемым продуктом в центрифугу для равновесия помещают жиромер, заполненный 10 см³ воды и 10 см³ серной кислоты.

Жиромеры вынимают из центрифуги, регулируют при помощи резиновой пробки столбик жира так, чтобы он находился в градуированной части и нижняя граница совпала с каким-либо значением, и погружают жиромеры градуированной частью вверх в водяную баню $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$ на 5 мин. Через 5 мин жиромеры вынимают из водяной бани и быстро проводят отсчет жира. При отсчете жиромер держат вертикально, причем граница жира должна быть на уровне глаз. Движением пробки вверх или вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на каком-либо делении шкалы и от него отсчитывают длину столбика жира до нижней точки мениска верхней границы. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным. Показание жиромера выражают в процентах с отсчетом до наименьшего деления шкалы жиромера.

Жиромеры вновь помещают на 5 мин в водяную баню, центрифугируют в течение 5 мин, выдерживают в водяной бане в течение 5 мин и определяют величину столбика жира с отсчетом показаний до наименьшего деления. Если величина столбика жира отличается от предыдущего измерения более чем на половину наименьшего деления (0,05 %), то центрифугирование повторяют в третий раз. Если после третьего центрифугирования величина столбика жира вновь увеличилась более чем на 0,05 %, то проводят четвертое центрифугирование, каждый раз термостатируя жиромер в водяной бане до и после центрифугирования по 5 мин.

Примечание. При анализе продуктов, гомогенизированных в процессе производства первое центрифугирование целесообразно проводить в течение 10 мин. Для этого необходима центрифуга с обогревом, отрегулированная на $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$. После первого отсчета жира жиромер энергично встряхивают, затем помещают на 5 мин в водяную баню и центрифугируют.

3.1.2. Обработка результатов

Массовую долю жира в процентах находят умножением показания жиромера на 2,5 при навеске 4,4 г, умножением на 5 — при навеске 2,2 кг.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,15$ % массовой доли жира при использовании жиромеров 1—6, 1—7 и $\pm 0,1$ % массовой доли жира при использовании жиромера 1—5 при доверительной вероятности $P=0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

3.2. Метод определения после разведения

Метод применяется по согласованию с потребителем.

3.2.1. Подготовка к анализу

100 г сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком, сгущенного стерилизованного молока или 50 г сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками с сахаром взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г и переносят в химический стакан вместимостью 250 см³. Навеску растворяют в горячей воде температурой 60—70 $^\circ\text{C}$, для свежеработанных консервов применяют воду комнатной температуры. Содержимое перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной массы, переливают без потерь через воронку в мерную

колбу, смывая стаканчик, воронку и палочку водой. Раствор в колбе охлаждают до температуры $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ и доливают ее водой температурой $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ до метки. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

3.2.2. Проведение анализа

3.2.2.1. В два жиромера наливают по 10 см^3 серной кислоты плотностью $1780\text{--}1800\text{ кг/м}^3$. Затем осторожно, чтобы жидкости не смешивались, добавляют пипеткой по $10,77\text{ см}^3$ молочных консервов, разведенных, как указано в п. 3.2.1, приложив кончик пипетки к стенке горлышка жиромера под углом. Уровень продукта в пипетке устанавливают по нижней точке мениска. Молоко из пипетки должно вытекать медленно и после опорожнения пипетку отнимают от горлышка жиромера не ранее чем через 3 с. Выдувание молока из пипетки не допускается.

Примечание. Разведенное какао со сгущенным молоком или сливками с сахаром оставляют в мерной колбе в покое на 2 мин перед тем, как отмерить $10,77\text{ см}^3$ для перенесения в жиромер.

3.2.2.2. В жиромеры добавляют по 1 см^3 изоамилового спирта.

Жиромеры закрывают пробкой и содержимое их энергично встряхивают в течение $10\text{--}20\text{ с}$ до полного растворения белковых веществ, переворачивая 2—3 раза в процессе встряхивания для полного смешения жидкостей. При определении жира в цветных продуктах (с кофе или какао) проводят более продолжительное встряхивание ($20\text{--}30\text{ с}$).

3.2.2.3. Устанавливают жиромеры пробкой вниз в водяную баню при температуре $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$ на 5 мин. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.1.4.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю жира в процентах по массе в сгущенном молоке с сахаром, кофе, какао со сгущенным молоком и сахаром и сгущенном стерилизованном молоке находят умножением показания жиромера на коэффициент 2,57, в сгущенных сливках, кофе, какао со сгущенными сливками и сахаром — умножением на коэффициент 5,14.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 1,6\%$ массовой доли жира при доверительной вероятности $P=0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В СУХИХ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВАХ

4.1. Проведение анализа

В два стакана вместимостью 25 или 50 см^3 взвешивают с отсчетом показаний до $0,005\text{ г}$ по 5 г сухих консервов с массовой долей жира до 40 % или по 2,5 г сухих консервов с массовой долей жира более 40 %. Прибором для дозирования приливают по 10 см^3 серной кислоты плотностью 1550 кг/м^3 , тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения продукта.

Пробы из стаканов через воронку переносят в два жиромера, помещенные в штатив. Затем небольшим объемом ($5\text{--}6\text{ см}^3$) серной кислоты той же плотности из прибора для дозирования ополаскивают стакан и палочку и через воронку выливают в жиромеры, смывая остатки продукта со стенок воронки.

Добавляют по 1 см^3 изоамилового спирта.

Далее анализ проводят, как указано в пп. 3.1.1.2—3.1.1.4.

4.2. Обработка результатов

Массовую долю жира в продуктах с массовой долей жира до 40 % определяют в процентах по шкале жиромера.

Массовую долю жира в продуктах с массовой долей жира более 40 % определяют умножением показания жиромера на коэффициент 2.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,5\%$ массовой доли жира для сухих молочных консервов с массовой долей жира до 40 % и $\pm 1,0\%$ массовой доли жира для сухих молочных консервов с массовой долей жира более 40 % при доверительной вероятности $P=0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК по стандартизации 186 «Молоко и молочные продукты»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2331
3. ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73, в части разд. 8
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 5830—79	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 6859—72	2
ГОСТ 18481—81	2
ГОСТ 23094—78	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 26809—86	1
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 25—2024.019—88	2
ТУ 38—105—1058—88	2

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ