
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32255 —
2013

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

**Инструментальный экспресс-метод определения
физико-химических показателей идентификации с
применением инфракрасного анализатора**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Секретариатом ТК 470/МТК 532 «Молоко и продукты переработки молока», Российским союзом предприятий молочной отрасли, ООО «Научно-технический комитет «Молочная индустрия» при участии ООО «ФОСС-Электрик»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 470)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44–2013)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минторгэкономразвития |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Молдова | MD | Молдова-стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1923-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32255–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора

Milk and milk products. Instrumental express-method for determination of physico-chemical identification parameters by infrared analyzer

Дата введения – 2015 – 07 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает количественный инструментальный экспресс-метод определения массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ в коровьем молоке и молочных продуктах из коровьего молока, установленных в разделе 3, с применением инфракрасного анализатора методом инфракрасной спектроскопии.

Метод предназначен для оперативного производственного контроля.

Диапазоны измерения показателей: массовая доля белка – 0,5 % – 5,0 %, жира – 0,05 % – 30,0 %, лактозы – 1,0 % – 6,0 %, сухих веществ – 2,0 % – 15,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3624–92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ 3626–73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества

ГОСТ 4207–75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5823–78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 22760–77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира

ГОСТ 23327–78 Молоко. Методы определения общего белка

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809–86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752–88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные в [1], [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Продукты: Молоко (сырое и питьевое), сливки (сырые и питьевые), жидкие кисломолочные и сквашенные продукты, напитки на основе молока и молочной сыворотки, восстановленное молоко и продукты на основе восстановленного молока.

3.2 Инфракрасный анализатор, работающий в средней инфракрасной области спектра (2,0–11,0 мкм): Прибор с автоматизированным процессом измерения и обработки результатов, позволяющий проводить экспресс-анализ физико-химических показателей идентификации молока и жидких молочных продуктов методом инфракрасной спектроскопии поглощения.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности оптического излучения, отраженного от исследуемого образца или поглощенного исследуемым образцом, в инфракрасном диапазоне длин волн от 0,4 до 11,0 мкм и последующем пересчете полученной интенсивности в значения массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ с помощью градуировочных моделей, полученных по набору образцов с известными значениями этих физико-химических показателей, установленных стандартизованными методами.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Инфракрасные анализаторы, позволяющие проводить автоматизированное определение массовой доли белка, жира, лактозы и сухих веществ в молоке и молочных продуктах в спектральном диапазоне от 0,4 до 11,0 мкм, снабженные специализированным программным обеспечением для установления градуировочной модели и обработки результатов измерения. Перечень рекомендуемых анализаторов приведен в приложении А;

персональный компьютер;

термометр жидкостной стеклянный, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С по ГОСТ 28498;

баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$;

стаканы В-1-100 ТС по ГОСТ 25336;

Издание официальное

устройство измельчающее с диаметром решетки 2 мм, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией;

сито с ячейками размером 0,2 мм;

ложка или шпатель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования и материалов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше и позволяющих проводить измерения в соответствии с положениями, установленными настоящим стандартом.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха(25 ± 10) °С;

относительная влажность воздуха.....(55 ± 25) %;

атмосферное давление.....(95 ± 10) кПа;

частота переменного тока.....(50 ± 5) Гц;

напряжение в сети.....(220 ± 10) В.

7 Отбор проб исследуемого продукта

Отбор проб – по ГОСТ 26809.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка проб

8.1.1 Испытуемые образцы молока перед проведением измерений на инфракрасном анализаторе, работающем в средней инфракрасной области спектра, должны быть тщательно перемешаны шпателем или ложкой; пробы молока в потребительской упаковке перемешивают многократным переворачиванием упаковки.

8.1.2 Жидкие продукты тщательно перемешивают ложкой или шпателем, сливки в потребительской упаковке перемешивают многократным переворачиванием упаковки, затем ложкой или шпателем. Сырое молоко нагревают на водяной бане при постоянном перемешивании до температуры (40 ± 5) °С. Если в образцах находятся добавки в виде твердых включений, например, орехов, фруктов, злаков и пр., такие образцы следует фильтровать через прилагаемое к анализаторам сито (размер ячеек 0,2 мм) или аналогичное.

8.1.3 Вязкие кисломолочные и сквашенные продукты, молочные десерты при анализе на инфракрасном анализаторе, работающем в средней инфракрасной области спектра, разводят дистиллированной водой в соотношении 1:1,3, тщательно перемешивают ложкой или шпателем и нагревают на водяной бане до температуры (40 ± 5) °С.

8.1.4 Подготовку проб сухих продуктов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 29245 (пункт 3.4).

8.1.5 Подготовку инфракрасного анализатора к измерениям проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора, именуемой далее «Инструкция».

8.2 Градуировка анализатора

8.2.1 Базовые градуировки инфракрасного анализатора для измерения различных показателей являются частью программного обеспечения прибора и не требуют коррекции в случае, если показания анализатора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2 в части показателей: «предел повторяемости», «предел воспроизводимости» и «границы погрешности при указанных диапазонах измерения».

В случае, если показания анализатора не соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2, коррекции базовых градуировок проводятся в соответствии с Инструкцией и состоит из следующих операций:

- подготовка набора образцов для коррекции (набор 1, включающий не менее 10 образцов для коррекции одного параметра в одном продукте, из которых в процессе расчета следует использовать не менее 8);

- подготовка набора образцов для проверки откорректированной градуировки (набор 2, включающий не менее 10 образцов для проверки коррекции одного параметра в одном продукте, из которых в процессе расчета следует использовать не менее 8);

- анализ набора 1 и набора 2 стандартными методами по 8.2.2;

- анализ набора 1 на анализаторе;
- расчет поправочных коэффициентов для коррекции градуировочной модели, описывающих связь значений показателей, полученных стандартными методами и показателей, полученных на анализаторе;
- внесение поправочных коэффициентов в градуировочную модель;
- проверка откорректированной градуировочной модели при помощи анализа набора 2 на анализаторе.

Если в результате проведенной коррекции градуировки показания прибора соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2 в части показателей: «предел повторяемости», «предел воспроизводимости» и «границы погрешности при указанных диапазонах измерения», градуировочная модель считается откорректированной, если не соответствуют – процедуру коррекции градуировок инфракрасного анализатора повторяют с новыми наборами образцов.

8.2.2 Образцы для коррекции градуировки представляют собой образцы продукта с известными значениями измеряемых показателей, установленными следующими методами:

- для измерения массовой доли белка – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 23327;
- для измерения массовой доли жира – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 22760;
- для измерения массовой доли лактозы – в соответствии с методикой, установленной в приложении Б;
- для измерения массовой доли сухого вещества – в соответствии с методикой, установленной в ГОСТ 3626.

Образцы для коррекции базовых градуировок анализатора подбирают таким образом, чтобы значения массовой доли определяемых показателей в наборе для коррекции градуировки распределялись как можно более полно и равномерно, охватывая и перекрывая весь диапазон значений определяемого показателя. Диапазоны массовой доли показателей партии образцов для коррекции градуировки должны быть существенно шире диапазонов определяемых показателей (например, для питьевого молока с массовой долей жира от 2,5 % до 6,0 % необходимо, чтобы образцы для коррекции базовой градуировки имели диапазон значений массовой доли жира от 1,0 % до 8,0 %). Образцы сырого молока, содержащие более $1 \cdot 10^6$ соматических клеток в 1 см^3 , не используются для коррекции.

8.2.3 Не реже 1 раза в 10 дней и перед началом работы рекомендуется проводить проверку градуировок анализатора в соответствии с Инструкцией. Проверка заключается в сравнении показателей прибора при анализах образца стерилизованного гомогенизированного молока из набора образцов для коррекции градуировки (далее – контрольный образец). В случае, если показания анализатора соответствуют требованиям, указанным в таблице 1 (значение предела повторяемости), то анализатор считается готовым к работе. Если показания анализатора не соответствуют указанным требованиям, то следует провести коррекцию градуировки по 8.2.2

8.2.4 При необходимости образцы для коррекции градуировки консервируют добавлением консерванта и хранят: молоко – не более 10 сут, сливки – не более 5 сут, другие жидкие продукты – не более 2 сут, вязкие продукты – не более 5 сут при температуре $(4 \pm 2) \text{ } ^\circ\text{C}$. Если образцы для коррекции градуировки находятся в невскрытой заводской упаковке, то они хранятся при условиях и в течение сроков, определенных производителем.

9 Проведение измерений

Измерения проводят в соответствии с Инструкцией.

10 Обработка результатов измерений

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочных продуктов

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения физико-химических показателей идентификации молока и молочных продуктов при $P = 0,95$ приведены для молока в таблице 1, для молочных продуктов – в таблице 2.

Т а б л и ц а 1 – Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молока

| Наименование показателя | Диапазон измерения показателя | Предел повторяемости r , % | Предел воспроизводимости R , % | Пределы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, % |
|--------------------------------|-------------------------------|------------------------------|----------------------------------|---|
| Массовая доля белка, % | от 0,5 до 5,0 | 0,05 | 0,16 | 0,11 |
| Массовая доля жира, % | от 0,05 до 6,0 | 0,05 | 0,17 | 0,12 |
| Массовая доля лактозы, % | от 1,0 до 6,0 | 0,05 | 0,28 | 0,20 |
| Массовая доля сухих веществ, % | от 2,0 до 15,00 | 0,10 | 0,42 | 0,30 |

Т а б л и ц а 2 – Метрологические характеристики метода определения физико-химических показателей идентификации молочных продуктов

| Наименование показателя | Диапазон измерения показателя | Предел повторяемости r , % | Предел воспроизводимости R , % | Пределы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, % |
|--------------------------|-------------------------------|------------------------------|----------------------------------|---|
| Массовая доля белка, % | от 2,5 до 5,00 | 0,15 | 0,35 | 0,25 |
| Массовая доля жира, % | от 1,0 до 6,0 | 0,10 | 0,17 | 0,12 |
| Массовая доля жира, % | св. 6,0 до 10,0 | 0,12 | 0,20 | 0,14 |
| Массовая доля жира, % | св. 10,0 до 30,0 | 0,15 | 0,70 | 0,50 |
| Массовая доля лактозы, % | от 3,0 до 5,5 | 0,20 | 0,43 | 0,30 |

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r,$$

где X_1 , X_2 – значения двух параллельных определений массовой доли показателя, полученные в условиях повторяемости;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1, 2.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

ГОСТ 32255–2013

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений исследуемых продуктов, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \leq R,$$

где X'_1 , X'_2 – значения двух измерений показателя идентификации исследуемых продуктов, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R – предел воспроизводимости, значения которого приведены в таблицах 1, 2.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

12 Оформление результатов

Окончательный результат определения физико-химических показателей молочных продуктов в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$A = X_{\text{cp}} \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0,95,$$

где X_{cp} – среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений;

Δ – границы абсолютной погрешности измерений, % (таблицы 1, 2).

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

– помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;

– требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;

– требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

14 Требования к оператору

Выполнение измерений должен проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Инструктаж специалиста по работе с инфракрасным анализатором проводит представитель компании – производителя инфракрасных анализаторов.

Приложение А

(справочное)

Рекомендуемые инфракрасные анализаторы для контроля молока и молочных продуктов¹

А.1 Рекомендуемые инфракрасные анализаторы для контроля молока и молочных продуктов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

| Наименование продукта | Наименование определяемых показателей для анализаторов | | |
|--|--|---|---|
| | MilkoScan Minor | MilkoScan FT120, MilkoScan FT1, MilkoScan FT2 | MilkoScan 4000, MilkoScan FT+ |
| Молоко | Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ | Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ | Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ |
| Кисломолочные и сквашенные продукты, молочные десерты, сгущенное молоко и сливки (в том числе с сахаром) | Не определяет | Массовая доля белка, жира, лактозы, сухих веществ | Не определяет |

¹ При проведении анализов контроля молока и молочных продуктов следует использовать типы инфракрасных анализаторов, допущенных к применению в установленном порядке в странах, принявших стандарт.

Приложение Б

(обязательное)

Методика определения массовой доли лактозы поляриметрическим методом для градуировки инфракрасных анализаторов при измерении массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах**Б.1 Сущность метода**

Метод основан на поляриметрическом определении содержания лактозы после осаждения белков и жиров уксуснокислым цинком и железистосинеродистым калием.

Метод применяется для молока и молочных продуктов, не содержащих сахарозу.

Б.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Сахариметр универсальный диапазоном измерения угла вращения плоскости поляризации при длине волны 589,3 нм от минус 40 °S до плюс 130 °S, пределом абсолютной допускаемой погрешности не более $\pm 0,05$, со стеклянными кюветами длиной 200 и 400 мм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ 24104, ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,001$ г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы 1-100-2, 2-100-2, 1-200-2, 2-200-2, 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Воронки типа В, диаметром 36, 75, 100 мм, из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250, Кн-2-250 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. Д. а.

Калий железистосинеродистый 3-водный (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х. ч. Или ч. Д. а., раствор массовой концентрации 150 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 4,0$ моль/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) 5- водный ГОСТ 27068, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Цинк уксуснокислый 9-водный по ГОСТ 5823, ч. Д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

Б.3 Подготовка к проведению измерений**Б.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм³**

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают $(300,00 \pm 0,01)$ г уксуснокислого цинка, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С – не более 3 мес.

Б.3.2 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают $(150,000 \pm 0,001)$ г железистосинеродистого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 3 мес.

Б.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 4 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 300–400 см³ дистиллированной воды и осторожно при перемешивании 340 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С – не более 3 мес.

Б.3.4 Приготовление раствора серноватистокислоро натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации c (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) = 0,1 моль/дм³

Б.3.4.1 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают (24,800 ± 0,001) г тиосульфата натрия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, прибавляют (0,200 ± 0,001) г безводного углекислого натрия и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют также свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 1 мес.

Б.3.4.2 Определение массовой концентрации раствора серноватистокислоро натрия

В коническую колбу вместимостью 500 см³ с притертой пробкой вносят 1–2 г йодистого калия, приливают 2–3 см³ дистиллированной воды, затем прибавляют 5 см³ соляной кислоты, полученной разбавлением с дистиллированной водой в соотношении 1:5, вносят 20 см³ раствора двуххромовокислого калия (Б.3.6). Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, после чего титруют раствором серноватистокислоро натрия (массовую концентрацию которого устанавливают), приливая его из бюретки вместимостью 25 см³ постепенно при постоянном перемешивании. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, в колбу добавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала (Б.3.5) и 250–300 см³ дистиллированной воды (для более точного определения окончания титрования). Затем титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого, обусловленного ионами трехвалентного хрома.

Массовую концентрацию (титр раствора) раствора серноватистокислоро натрия C_1 , в пересчете на сахарозу, г/см³, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{0,0171 \cdot 20}{V_1} \quad (\text{Б.1})$$

где 0,0171 – массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, г/см³;

20 – объем раствора двуххромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, см³;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см³ раствора двуххромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, см³.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

Б.3.5 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

(1,000 ± 0,001) г крахмала растворяют в 10 см³ холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см³ кипящей дистиллированной воды. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Приготовленный крахмал может быть пастеризован при температуре (85 ± 2) °С.

Срок хранения пастеризованного раствора крахмала при температуре (6 ± 2) °С – не более 1 мес.

Б.3.6 Приготовление раствора двуххромовокислого калия молярной концентрации c (K₂Cr₂O₇) = 0,017 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 4,9038 г двуххромовокислого калия, предварительно перекристаллизованного и высушенного при температуре (158 ± 2) °С, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С – не более 1 мес.

Б.4 Проведение измерений**Б.4.1 Приготовление фильтрата**

В стакан вместимостью 100 см³ помещают (33,000 ± 0,001) г продукта, подготовленного в соответствии с разделом 7, и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, омывая стакан несколько раз дистиллированной водой, при этом объем дистиллированной воды должен составлять не более половины объема колбы.

Для осаждения белков и жиров в колбу прибавляют по 3 см³ для сыворотки и сывороточных напитков и по 5 см³ для остальных продуктов растворов уксуснокислого цинка (Б.3.1) и железистосинеродистого калия (Б.3.2).

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают, не допуская образования пузырьков. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при температуре (20 ± 2) °С.

Через 10 мин содержимое колбы фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

Фильтраты должны быть прозрачные.

Б.4.2 Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 мм.

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по три–пять отсчетов по шкале сахариметра. Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (P) находят из 6–10 отсчетов.

Б.5 Обработка результатов измерений

Б.5.1 Массовую долю лактозы в твороге и творожных продуктах $X_{\text{лак1}}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле:

$$X_{\text{лак1}} = P_3 \cdot K_4, \quad (\text{Б.2})$$

где P_3 – среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, °S;

K_4 – поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

Б.5.2 Массовую долю лактозы в других молочных продуктах $X_{\text{лак2}}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле:

$$X_{\text{лак2}} = \frac{P_4}{2} \cdot K_5, \quad (\text{Б.3})$$

где P_4 – среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, °S;

K_5 – поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

Б.5.3 Определение поправки на объем осадка

В коническую колбу вместимостью 250 см³ пипеткой приливают 25 см³ фильтрата (Б.4.1). Добавляют (0,600 ± 0,001) г йодистого калия и 5 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм³ (Б.3.3). Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором серноватистоокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (Б.3.4). После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала (Б.3.5) и титруют до исчезновения синей окраски. Поправку на объем образовавшегося осадка ($K_{4(5)}$) в мерной колбе при осветлении раствора вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до первого десятичного знака по формуле

$$K_{4(5)} = \frac{12,5}{V_0}, \quad (\text{Б.4})$$

где 12,5 – эмпирический коэффициент пересчета;

V_0 – количество раствора серноватистоокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, пошедшее на титрование, см³.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

Б.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания лактозы при $P = 0,95$ приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

| Диапазон измерений массовой доли лактозы, % | Предел повторяемости r , % | Предел воспроизводимости R , % | Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, % |
|---|------------------------------|----------------------------------|---|
| 0,5 – 2,0 | 0,2 | 0,4 | 0,3 |
| 2,0 – 50,0 | 0,4 | 0,9 | 0,7 |

Библиография

- [1] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
- [2] ТР ТС 033/2013 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности молока и молочной продукции»

УДК 637.12.04/.07:006.354

МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, продукты молочные, инфракрасный анализатор, инструментальный экспресс-метод анализа, массовая доля белка, массовая доля жира, массовая доля лактозы, массовая доля сухого обезжиренного вещества

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84¹/₈.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1964.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru