МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 8262-3

IDF 124-3

Второе издание
2005-11-01

Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод).

Часть 3. Специальные случаи

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) –

Part 3: Special cases

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO

Ссылочные номера
ISO 8262-3:2005(R)
IDF 124-3:2005(R)

© ISO и IDF 2005

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2005

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

International Dairy Federation
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Стр.

Предисловие iv

Введение vi

1 Область применения 1

2 Термины и определения 1

3 Принцип 1

4 Реактивы и материалы 1

5 Аппаратура 2

6 Отбор проб 3

7 Методика 4
7.1 Подготовка пробы для испытания 4
7.2 Проба для анализа 4
7.3 Контрольный опыт 5
7.4 Подготовка экстракционной колбы 5
7.5 Определение 5

8 Расчет и выражение результатов 6

9 Прецизионность 7
9.1 Межлабораторное испытание 7
9.2 Повторяемость 7
9.3 Воспроизводимость 7

10 Замечания к методике 8

10.1 Контрольные опыты для проверки растворителя и фильтровальной бумаги 8

10.2 Контрольный опыт, выполняемый одновременно с определением 8

11 Протокол испытания 8

Библиография 9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8262-3│IDF 124-3 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-[illegible]-a11f53f53f1e/iso-8262-3-2005

Настоящее издание ISO 8262-3│IDF 124-3 отменяет и заменяет ISO 8262-3:1987, который был подвергнут незначительному пересмотру

ISO 8262│IDF 124 состоит из следующих частей под общим заголовком *Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод)*:

— *Часть 1. Продукты детского питания*

— *Часть 2. Мороженое и смеси для мороженого*

— *Часть 3. Специальные случаи*

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

Предисловие

Международная федерация молочной промышленности (IDF) является всемирной федерацией предприятий молочной отрасли, каждый член которой представлен в ней своим национальным комитетом. Каждый национальный комитет имеет право быть представленным в Постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые Рабочими группами и Постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 8262-3│IDF 124-3 подготовлен Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW

Вся работа была проведена совместной группой экспертов ISO/IDF/AOAC по *Определению жира* (E 31), под руководством ее председателя, м-ра Дж. Иессеса (Нидерланды).

(standards.iteh.ai)

Настоящее издание ISO 8262-3│IDF 124-3 отменяет и заменяет IDF IDF 126A:1988, который был подвергнут незначительному пересмотру.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/603933e0-238d-4410-811a-cf5d1f53f37/iso-8262-3-2005

ISO 8262│IDF 124 состоит из следующих частей под общим заголовком *Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод)*:

— *Часть 1. Продукты детского питания*

— *Часть 2. Мороженое и смеси для мороженого*

— *Часть 3. Специальные случаи*

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

Введение

Настоящий международный стандарт был подготовлен в рамках разработки серии контрольных методов, гармонизированных в наиболее возможной степени, для гравиметрического определения содержания жира в молоке, молочных продуктах и пищевых продуктах на основе молока. Эти методы основаны на принципах Розе-Готлиба (RG), Вейбулла-Бернтропа (WB) или Шмидта-Бондзински-Ратзлафа (SBR) .

Для данной части ISO 8262│IDF 124, рассматривающей нежирные продукты на основе молока и нежирные жидкие, концентрированные или сухие молочные продукты и/или продукты, содержащие нерастворимые немолочные компоненты, был выбран метод на основе принципа WB по следующим причинам:

a) метод RG не применим в случае присутствия заметного количества свободных жирных кислот, а также в том случае, когда продукт содержит комки и/или немолочные компоненты, не растворимые в аммиаке, которые служат причиной неполной экстракции жира;

b) метод SBR не применим из-за значительного содержания лактозы, которая при кислотном гидролизе дает рост соединений, экстрагируемых эфиром, и таким образом приводит к завышенным значениям содержания жира;

c) метод WB, хотя также включает кислотный гидролиз, не оказывает неблагоприятного влияния на образование соединений, экстрагируемых эфиром, так как кислый гидролизат фильтруют и промывают, а сухой остаток на фильтре не содержит соединений, экстрагируемых петролейным эфиром;

d) описанный метод уже используется для этой цели во многих странах.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

Первоначально метод Вейбулла был разработан для хлеба; значительно модифицированный метод, установленный в настоящем международном стандарте, разработан Бернтропом. Данная модификация метода нашла широкое применение для определения содержания жира во многих типах пищевых продуктов.

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла-Бернтропа (Контрольный метод).

Часть 3.
Специальные случаи

1 Область применения

Настоящая часть ISO 8262│IDF 124 устанавливает контрольный метод определения содержания жира в продуктах на основе молока и в жидких, концентрированных или сухих молочных продуктах, к которым не применим метод Розе-Готлиба; т.е. в продуктах, содержащих заметные количества свободных жирных кислот, или продуктах, которые не полностью растворимы в аммиаке из-за наличия комков или немолочных компонентов, таких как сладкий крем, овсяная каша или некоторые продукты на основе молока для хлебопекарной промышленности.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Контрольные методы Розе-Готлиба для определения содержания жира в молоке, сливках, сгущенном молоке без сахара и с сахаром и сухих молочных продуктах установлены в ISO 1211, ISO 2450, ISO 1737 и ISO 1736 соответственно.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Данный метод также применим к свежим сырам, таким как домашний и кисло-молочный сыры, а также к свежим сырам с добавками фруктов, сиропа, “мюслей” и т.д., для которых метод SBR не применим из-за высокого содержания углеводов и/или чрезмерной неоднородности.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7a0a0a0-a0a0-4a0a-a0a0-a0a0a0a0a0a0/iso-8262-3-2005

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Контрольный метод Шмидта-Бондзински-Ратзлафа для определения содержания жира в сыре и плавленых сырах с содержанием лактозы менее 5 % (массовая доля) в обезжиренном сухом веществе установлен в ISO 1735.

2 Термины и определения

Применительно к настоящему документу применяются следующие термины и определения.

2.1
содержание жира
fat content
все вещества, определенные в соответствии с методом, установленным в данной части ISO 8262│IDF 124

Примечание Содержание выражается в процентах массовой доли.

3 Принцип

Подвергают пробу для анализа гидролизу при кипении с разбавленной соляной кислотой. Фильтруют горячий гидролизат через влажный бумажный фильтр для удержания жирных веществ, затем экстрагируют жир с высушенного бумажного фильтра *н*-гексаном или петролейным эфиром. Удаляют растворитель при перегонке или выпаривании и взвешивают экстрагированные вещества. (Этот метод обычно известен как метод Вейбулла-Бернтропа.)

4 Реактивы и материалы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, которые не оставляют заметного остатка при определении установленным методом. Используют дистиллированную или

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

деионизированную воду или воду, по меньшей мере, эквивалентной чистоты.

4.1 Разбавленная соляная кислота, содержащая приблизительно 20 % (массовая доля) HCl, ρ_{20} приблизительно 1,10 г/мл.

Разбавляют 100 мл концентрированной соляной кислоты (ρ_{20}= 1,18 г/мл) 100 мл воды и перемешивают.

4.2 Экстракционный растворитель, не содержащий воды: *н*-гексан или петролейный эфир с пределами кипения от 30 °C до 60 °C.

Для проверки качества экстракционного растворителя перегоняют 100 мл растворителя из экстракционной колбы (5.4), подготовленной в соответствии с 7.4. Используют пустую экстракционную колбу, подготовленную тем же способом, для проверки массы (см. 10.1). Растворитель не должен оставлять остатка массой более 1,0 мг.

Заменяют или перегоняют растворитель, если он не соответствует этому требованию.

4.3 Фильтровальная бумага, диаметром 150 мм, гофрированная, средней плотности, предпочтительно обезжиренная.

Для проверки качества фильтровальной бумаги выполняют контрольный опыт, как указано в 7.3, используя растворитель, удовлетворяющий требованию 4.2. Используют пустую экстракционную колбу (5.4), подготовленную в соответствии с 7.4, для проверки массы (см. 10.1). Бумага не должна оставлять остатка массой более 2,5 мг.

Заменяют фильтровальную бумагу, не удовлетворяющую этому требованию.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.4 Синяя лакмусовая бумага.

4.5 Диатомовая земля (необязательно; см. 7.5.3).

4.6 Чистая лактоза (необязательно; см. 7.5.3).

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

4.7 Хлопковая вата, обезжиренная при экстрагировании растворителем (4.2) в течение 1,5 ч и высушенная.

5 Аппаратура

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Поскольку при определении используются летучие воспламеняющиеся растворители, необходимо, чтобы применяемая электроаппаратура соответствовала требованиям законодательства в отношении опасностей, возникающих при использовании таких растворителей.

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

5.1 Аналитические весы.

5.2 Смеситель, для гомогенизации лабораторной пробы, при необходимости. Например, используют измельчитель пищевых продуктов или высокоскоростной смеситель с соответствующим сосудом вместимостью 1 л, снабженным крышкой.

5.3 Экстракционный аппарат, непрерывного или полунепрерывного действия. Например, используют аппарат типа Сокслета, состоящий из экстракционной колбы (плоскодонной, короткогорлой) вместимостью 150 мл, экстрактора с объемом сифонирования от 40 мл до 60 мл и эффективного обратного холодильника, снабженного осушительной трубкой или пробкой из хлопковой ваты.

5.4 Экстракционные колбы, вместимостью 150 мл, плоскодонные и короткогорлые.

 © ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

5.5 Экстракционные гильзы, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, стекла, оксида алюминия или политетрафторэтилена (PTFE), не вызывающих образования заметного остатка при контрольном опыте, или изготовленные из целлюлозы, одной толщины, внутренним диаметром 22 мм и наружной длиной 80 мм, для использования с экстракционным аппаратом (5.3).

5.6 Водяные бани, способные поддерживать следующие температуры:

— 40 °C - 60 °C (см. 7.1.1);

— 30 °C - 40 °C (см. 7.1.2).

5.7 Нагреватель, для экстракционного аппарата. Например, используют водяную или песчаную баню или нагревательную плитку, регулируемую с помощью термореле.

5.8 Кипелки, обезжиренные, например, стеклянные шарики или кусочки нехрупкого, непористого фарфора или карбида кремния.

5.9 Коническая колба, вместимостью 250 мл, снабженная обратным холодильником, предпочтительно типа Либиха.

5.10 Нагреватель, для конической колбы, снабженной холодильником. Например, используют лабораторную сетку и газовую горелку, электрическую плитку или песчаную баню.

5.11 Фильтровальная воронка, пригодная для использования с гофрированной фильтровальной бумагой (4.3).

5.12 Химические стаканы с носиком, вместимостью 100 мл и 250 мл.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.13 Аппарат для перегонки, в котором можно осторожно перегонять растворитель из колб при температуре, не превышающей 100 °C.

5.14 Сушильный шкаф, с электрическим обогревом, полностью открытым(и) вентиляционным(и) отверстием(ями), способный поддерживать во всем рабочем пространстве температуру 102 °C ± 2 °C.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d1115513f/iso-8262-3-2005

Сушильный шкаф должен быть снабжен соответствующим термометром.

5.15 Мерные цилиндры, вместимостью 50 мл, 100 мл и 250 мл.

5.16 Щипцы, металлические, пригодные для удерживания колб или химических стаканов.

5.17 Пинцет, с плоскими кончиками, для удерживания фильтровальной бумаги и экстракционных гильз.

6 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Ее не следует подвергать порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не рассматривается в методе, установленном в данной части ISO 8262|IDF 124. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50.

Все жидкие, вязкие или пастообразные лабораторные пробы должны храниться при температуре от 2 °C до 4 °C от момента отбора проб и до момента начала методики. В случае герметичной банки или бутылки хранят закрытый контейнер при температуре ниже 20 °C.

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются

7 Методика

7.1 Подготовка пробы для испытания

7.1.1 Жидкие продукты

Встряхивают и переворачивают контейнер. Открывают контейнер, медленно наливают продукт во второй контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой) и перемешивают путем повторного переливания, соблюдая осторожность, чтобы собрать в пробу любой жир или другой компонент, прилипший к стенкам или концам первого контейнера. Если продукт все еще содержит комки или куски ингредиентов, гомогенизируют его в соответствующем смесителе (5.2). В конце концов переносят продукт полностью, насколько это возможно, во второй контейнер. Закрывают этот контейнер.

В случае необходимости выдерживают закрытый контейнер на водяной бане (5.6) при температуре от 40 °C до 60 °C. Вынимают и энергично встряхивают контейнер каждые 15 мин. Через 2 ч вынимают контейнер, вытирают досуха снаружи тканью и оставляют его для охлаждения при комнатной температуре. Полностью снимают крышку или колпачок и тщательно смешивают содержимое, перемешивая ложкой или шпателем. (Если жир отделяется, не испытывают пробу.) Переносят продукт полностью, насколько это возможно, во второй контейнер. Закрывают этот контейнер.

7.1.2 Вязкие или пастообразные продукты

Открывают контейнер и тщательно перемешивают содержимое ложкой или шпателем. По возможности используют вращательное движение вверх-вниз таким образом, чтобы верхние слои и содержимое нижних углов контейнера перемещались и перемешивались. Соблюдают осторожность, чтобы собрать в пробу любой жир или другой компонент, прилипший к стенкам или концам контейнера. Если продукт все еще содержит комки или куски ингредиентов, гомогенизируют его в соответствующем смесителе (5.2). Переносят продукт полностью, насколько это возможно, во второй контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой). Закрывают контейнер.

В случае необходимости выдерживают закрытый контейнер на водяной бане (5.6) при температуре от 30 °C до 40 °C. Вынимают контейнер, вытирают досуха снаружи тканью и открывают его. Соскабливают весь продукт, прилипший к внутренней поверхности контейнера, переносят его в чашку достаточно большого размера, который позволяет провести тщательное размешивание, и перемешивают до тех пор, пока вся масса не станет гомогенной. Переносят продукт полностью, насколько это возможно, во второй контейнер, как описано выше. Закрывают этот контейнер.

7.1.3 Сухие продукты

Тщательно перемешивают продукт, многократно вращая и переворачивая контейнер. При необходимости переносят лабораторную пробу в пригодный воздухонепроницаемый контейнер подходящей вместимости, позволяющей выполнить эту операцию.

Если продукт все еще содержит комки или куски ингредиентов, гомогенизируют его в соответствующем смесителе (5.2).

7.2 Проба для анализа

Смешивают пробу для испытания (7.1), перемешивая (в случае вязких, пастообразных или сухих продуктов) или осторожно переворачивая контейнер три или четыре раза (в случае жидких продуктов), и сразу же взвешивают в конической колбе (5.9) с точностью до 1 мг либо непосредственно, либо по разности от 3 г до 20 г пробы для испытания, соответствующих от 3,0 г до 3,5 г сухого вещества. Проба для анализа должна содержать не более 1,0 г жира; для выполнения этого требования может потребоваться меньшая проба для анализа.

Проба для анализа должна попадать, насколько это возможно, на дно конической колбы (5.9).

© ISO и IDF 2005 – Все права сохраняются