

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
3433**

**IDF
222**

Второе издание
2008-01-15

Исправленная версия
2008-12-01

Сыр. Определение содержания жира. Метод Ван Гулика

Cheese — Determination of fat content — Van Gulik method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3433:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>

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



Ссылочные номера
ISO 3433:2008(R)
IDF 222:2008(R)

© ISO и IDF 2008

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3433:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2008

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 или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

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

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов – разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 3433|IDF 222 был разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5 *Молоко и молочные продукты* и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Стандарт опубликован ISO совместно с IDF.

Настоящее второе издание ISO 3433|IDF 222 отменяет и заменяет первое издание (ISO 3433:1975), в которое были внесены незначительные изменения.

Данная откорректированная версия ISO 3433|IDF 222:2008 включает следующие поправки:

- a) в Разделе 4, 5.2 (20 эпизодов), 6.4, и 8.3.5, термин "амиловый спирт" исключен, и используется термин "изо-амиловый спирт";
- b) в 5.2.1, "98 %" исключен, и вставлен "99 %";
- c) в 5.2.1, общее название "изо-амиловый спирт" теперь ассоциируется с системным названием "3-метилбутан-1-ол", в то время, как "амиловый спирт", вместе со сноской о различных амиловых изомерах, ранее ассоциировался с "пентан-1-ол".

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 постоянными комитетами и рабочими группами, 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, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 3433|IDF 222 был разработан Международной федерацией молочной промышленности (IDF) совместно с Техническим комитетом ISO/TC 34 *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5 *Молоко и молочные продукты*. Стандарт опубликован ISO совместно с IDF.

Вся работа была выполнена прежней Объединенной группой специалистов ISO-IDF-AOAC (E31-E301), которая в настоящее время входит в состав Совместной группы ISO-IDF *Жиры* Постоянного комитета *Основные компоненты молока*

[ISO 3433:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>

Сыр. Определение содержания жира. Метод Ван Гулика

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод Ван Гулика для определения содержания массовой доли жира в сыре.

Этот метод применим ко всем видам сыров. Однако, этот метод может не дать полностью удовлетворительных результатов, если применяется к сырам с внутренней плесенью (голубые сыры).

ПРИМЕЧАНИЕ Голубые сыры см. Примечание к 8.3.11.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 2446, *Молоко. Определение содержания жира (Типовой метод)*

ISO 3432|IDF 221:2007, *Сыр. Определение содержания жира. Бутирометр для метода Ван Гулика*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>

3 Термины и определения

В данном документе используются следующие термины и определения.

3.1

метод Ван Гулика **Van Gulik method**

эмпирический метод, который в случае применения к сырам, позволяет получить значение содержания жира, выражаемое в граммах на 100 г сыра, что эквивалентно значению, полученному контрольным методом (ISO 1735|IDF 5 [2])

3.2

содержание жира в сыре **fat content of cheese**

массовая доля веществ, определяемая методом, установленным в данном международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира выражается в граммах на 100 г, что в числовом отношении эквивалентно массовой доле в процентах.

4 Принцип

Белок растворяют в серной кислоте, затем жир, содержащийся в сыре, сепарируют в бутирометре Ван Гулика путем центрифугирования, сепарации помогает добавление небольшого количества *изо*-амилового спирта.

Затем содержание жира считывают непосредственно со шкалы бутирометра.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества и только дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Серная кислота

Серная кислота при 20 °C должна иметь плотность $(1,522 \pm 0,005)$ г/мл, что соответствует массовой доле H_2SO_4 , составляющей от 61,72 % до 62,63 %. Кислота должна быть бесцветной или не темнее светло-желтого цвета, и не должна содержать никаких посторонних включений, которые могут повлиять на результаты.

5.2 Изо-амиловый спирт

5.2.1 Состав

Объемная доля не менее 99 % *изо*-амилового спирта должна состоять из первичных спиртов 3-метилбутан-1-ол и 2-метилбутан-1-ол, единственно допустимыми значительными примесями являются 2-метилпропан-1-ол и бутан-1-ол. В ней не должно быть вторичных пентанолов, 2-метилбутана-2-ол, фурана-2-аль (фурфураль, фуран-2-карбоксальдегид, 2-фуральдегид), газолена (бензина), и производных бензола. Должны присутствовать только следы воды.

5.2.2 Внешний вид

Изо-амиловый спирт должен быть прозрачным и бесцветным.

5.2.3 Плотность

Плотность *изо*-амилового спирта при 20 °C должна быть от 0,808 до 0,818 г/мл.

5.2.4 Фуран-2-аль и другие органические примеси

При добавлении 5 мл *изо*-амилового спирта к 5 мл серной кислоты (5.1), раствор должен окраситься в желтый или светло-коричневый цвет.

5.2.5 Температурный интервал перегонки

При перегонке *изо*-амилового спирта под давлением 101,3 кПа¹⁾, при температуре ниже 132 °C должна отгоняться объемная доля не менее 98 %, а при температуре ниже 128 °C – не более 5 %. После перегонки не должно быть сухого остатка.

Если атмосферное давление во время перегонки ниже или выше 101,3 кПа, заданные температуры должны быть соответственно понижены или увеличены на 3,3 °C/кПа.

5.2.6 Испытания на соответствие заданным требованиям

Изо-амиловый спирт может соответствовать требованиям 5.2.1 – 5.2.5, но не удовлетворять требованиям метода Ван Гулика. Поэтому, следует проверять соответствие *изо*-амилового спирта перед его использованием с помощью следующего сравнительного анализа с применением эталонного *изо*-амилового спирта.

5.2.6.1 Эталонный *изо*-амиловый спирт

Отгоняют *изо*-амиловый спирт, удовлетворяющий требованиям 5.2.1 – 5.2.5, используя подходящую фракционную колонку, и собирают фракцию в диапазоне кипения от 2 °C до 128,9 °C и при 131,5 °C (см. Примечание к 5.2.5). Фракцию подвергают следующим испытаниям:

1) 1 кПа = 10 мбар.

- a) При анализе в процессе газожидкостной хроматографии объемная фракция не менее 99 % должна состоять из 3-метилбутана-1-ол и 2-метилбутана-1-ол. Допускается присутствие следов примесей, кроме 2-метилпропана-1-ол и бутана-1-ол.
- b) При фракционном отгоне первые и последние 10 % собранных объемных фракций, если для сравнения используют процедуру, описанную в 5.2.6.2, должны давать значения жирности молока, которые отличаются не более чем на 0,015 % по массе.

Если фракция удовлетворяет этим двум требованиям, она может рассматриваться как эталонный *изо*-амиловый спирт. Эталонный *изо*-амиловый спирт можно использовать в течение нескольких лет при условии, что он хранится в темном прохладном месте.

5.2.6.2 Процедура сравнения

Определяют параллельно, по методу Гербера, установленному в ISO 2446, жирность молока на четырех пробах цельного молока со средним содержанием жира, используя бутирометры с установленной погрешностью шкалы и серную кислоту соответствующего качества. В одной из каждых пар пробы используют 1 мл испытуемого *изо*-амилового спирта, а в другой — 1 мл эталонного *изо*-амилового спирта (5.2.6.1).

Держат бутирометры в произвольном порядке, начиная от стадии встряхивания, по направлению вверх. Считывают показания с точностью 0,02 % по массе жира (считывают, по крайней мере, два человека) и делают поправку на погрешность шкалы бутирометра.

Среднее значение содержания жира в четырех пробах молока, полученное с испытуемым *изо*-амиловым спиртом, должно отличаться не более чем на 0,015 % по массе от среднего значения, полученного при использовании эталонного *изо*-амилового спирта.

Вместо указанного *изо*-амилового спирта может применяться искусственный *изо*-амиловый спирт или заменитель *изо*-амилового спирта, если требуется, окрашенный, при условии, что он соответствует требованиям испытания согласно процедуре, описанной в данном подразделе.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, и в частности, следующая.

6.1 Бутирометры Ван Гулика, соответствующие ISO 3432 | IDF 221.

6.2 Взвешивающее устройство (см. ISO 3432 | IDF 221, Раздел 6), которое может соответствовать большой пробке бутирометра. В качестве альтернативы может использоваться чаша, капсула или лист пластмассы.

6.3 Пипетка или автоматический дозатор, для подачи серной кислоты (5.1).

6.4 Пипетка или автоматический дозатор, для подачи ($1 \pm 0,05$) мл *изо*-амилового спирта (5.2).

6.5 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 0,001 г.

6.6 Центрифуга, в которой может вращаться бутирометр, снабженная индикатором частоты вращения, градуированным в оборотах в минуту, с максимальным допуском ± 50 об/мин, и предпочтительно расположенная в вертикальном, а не в горизонтальном положении.

При полной нагрузке центрифуга должна в течение 2 мин достичь относительного центробежного ускорения $(350 \pm 50)g$ у внешнего конца пробки бутирометра. Такого ускорения достигают центрифуги с эффективным радиусом (горизонтальное расстояние между центром шпинделя центрифуги и внешним концом пробки бутирометра), работающие с частотой вращения, указанной в Таблице 1.

Таблица 1 — Эффективный радиус центрифуги и частота вращения для достижения центробежного ускорения $(350 \pm 50)g$

Эффективный радиус мм	Частота вращения ± 70 об/мин
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

ПРИМЕЧАНИЕ Относительное центробежное ускорение, достигаемое центрифугой, рассчитывают по формуле (1):

$$1,12r^2 \times 10^{-6} \quad (1)$$

где

r — эффективный горизонтальный радиус, миллиметры

n — частота вращения, обороты в минуту.

6.7 Водяная баня для бутирометров, поддерживающая температуру $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$, конструкция которой позволяет устанавливать бутирометры (6.1) в вертикальное положение, при этом их шкалы полностью погружены в нее.

6.8 Термометр, пригодный для погружения в водяную баню (6.7).

6.9 Терка, или другое устройство для измельчения сыра.

7 Отбор проб

Лаборатория должна получить представительную пробу. Проба не должна быть повреждена или изменена при транспортировке или хранении.

Отбор проб не является частью метода, рассматриваемого в данном международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб установлен в стандарте ISO 707|IDF 50 [1].

8 Методика

8.1 Приготовление пробы для испытания

Удаляют корку, окрашенный или заплесневелый поверхностный слой сыра, чтобы обеспечить представительность пробы для испытания, так, как это обычно происходит при потреблении. Измельчают пробу соответствующим устройством (6.9). Быстро перемешивают всю массу и, желательнее, еще раз быстро измельчают пробу.

Если пробу для испытания (например, мягкий сыр) не удастся измельчить, тщательно интенсивно перемешивают и сбивают всю пробу.

Сразу же переносят обработанную таким образом пробу или ее репрезентативную часть в контейнер с герметично закрывающейся крышкой.

Безотлагательно, насколько это возможно, проводят анализ пробы после ее измельчения или перемешивания. Если отсрочка неизбежна, предпринимают все меры, чтобы обеспечить надежную консервацию пробы и предотвратить конденсацию влаги на внутренней поверхности контейнера. Измельченная или перемешанная проба, в которой наблюдается нежелательный рост плесени или первичные признаки ухудшения качества, не должна подвергаться анализу.

Очищают устройство после измельчения каждой пробы.

8.2 Проба для анализа

Отвешивают 3,000 г пробы для испытания (8.1) с точностью до 0,005 г в устройство для взвешивания (6.2), соответствующее подходящей пробке, или в пробирку, или на пластмассовый лист.

8.3 Определение

8.3.1 Если применяют пробку с устройством для взвешивания, закрывают горловину бутирометра (6.1) этой пробкой вместе с взвешивающим устройством и пробой для анализа, и добавляют серную кислоту (5.1) через небольшое отверстие, пока уровень кислоты не достигнет 2/3 высоты корпуса бутирометра, а взвешивающее устройство не будет полностью окружено серной кислотой.

Если не используется большая пробка с устройством для взвешивания, закрывают маленькое отверстие бутирометра небольшой пробкой и вливают в бутирометр серную кислоту через горловину, пока уровень кислоты не достигнет приблизительно половины высоты корпуса бутирометра.

Переносят сыр в бутирометр. Если используют пластмассовые листы, переносят сыр на лист. Закрывают горловину большой пробкой, переворачивают бутирометр и удаляют маленькую пробку.

8.3.2 Устанавливают бутирометр горловиной вниз (т.е. большим отверстием) на водяную баню (6.7) при температуре maintained at 65 °C for 5 min.

8.3.3 Снимают бутирометр с водяной бани и осторожно встряхивают в течение 10 с.

8.3.4 Повторяют действия, описанные в 8.3.2 и 8.3.3, пока белок полностью не растворится: обычно на это требуется 1 ч. Повторяют процедуру в течение 15 мин после растворения белка.

ПРИМЕЧАНИЕ Можно использовать механические устройства для встряхивания при условии, что их применение дает те же результаты, что и ручные средства, указанные выше.

8.3.5 Снимают бутирометр с водяной бани и добавляют после осторожного встряхивания бутирометра 1 мл *изо*-амилового спирта (5.2) через маленькое отверстие. Сразу же встряхивают бутирометр в течение не менее 3 с.

8.3.6 Добавляют серную кислоту через маленькое отверстие до тех пор, пока ее уровень не достигнет 35 % градуировочной метки. Немедленно закрывают маленькой пробкой и переворачивают бутирометр.

8.3.7 Как только жир поднимется в корпус, осторожно встряхивают бутирометр в течение 10 с. Снова переворачивают бутирометр, чтобы кислота вытекла из ствола. Повторяют встряхивание и переворачивание дважды.

8.3.8 Устанавливают бутирометр горловиной вниз на водяную баню на 5 мин; уровень воды должен быть выше верхней части жировой колонки в бутирометре.

8.3.9 Снимают бутирометр с водяной бани, устанавливают большую пробку, чтобы жировая колонка поднялась по шкале, и центрифугируют бутирометр с относительным центробежным ускорением $(350 \pm 50)g$ в течение 10 мин.

8.3.10 Помещают бутирометр на водяную баню горловиной вниз на 5 мин. Поддерживают уровень воды выше верхней части жировой колонки в бутирометре.

8.3.11 Снимают бутирометр с водяной бани и осторожно устанавливают большую пробку так, чтобы нижняя часть жировой колонки достигла, при минимальном движении колонки, градуировочной метки, предпочтительно основного отсчётного штриха. Желательно делать это, слегка извлекая пробку, а не применять силу, чтобы протолкнуть ее в горловину. Отмечают показание шкалы, совпадающее с нижней частью жировой колонки, и затем, обеспечив неподвижность колонки, как можно быстрее записывают показание шкалы, совпадающее с нижней точкой мениска жира; это показание должно быть снято с точностью до половины наименьшего деления шкалы (0,25 %).

При снятии показаний бутирометр должен находиться в вертикальном положении, а глаз должен быть на одном уровне с точкой отсчета.

ПРИМЕЧАНИЕ Если жир мутный или темный или если в нижней части колонки есть белое или черное вещество, значение содержания жира будет неточным.

9 Представление результатов

9.1 Метод расчета

Содержание жира в сыре, выражаемое в граммах на 100 г сыра, равно

$$B - A$$

где

A показание, полученное на нижней границе колонки жира;

B показание, полученное на верхней границе колонки жира.

9.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными за короткий промежуток времени с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одинаковом оборудовании, не должно превышать значения, соответствующего одному наименьшему делению шкалы (0,5 %).

9.3 Поправка в результатах

Если результаты, полученные на основе данного метода, корректируются с целью приведения их в соответствие с результатами, полученными на основе контрольного метода (см. ISO 1735|IDF 5 [2]), это должно быть четко указано в протоколе испытания.

10 Протокол испытания

В протокол испытания следует внести:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) применяемый метод отбора проб, если он известен;
- c) применяемый метод испытания вместе со ссылкой на данный международный стандарт;
- d) все подробности методики, не указанные в данном международном стандарте, или считающиеся необязательными, вместе с подробностями любого инцидента, который может повлиять на результат(ы);
- e) полученный результат(ы) испытания, сведения о том, были ли скорректированы результаты, и, если проверялась повторяемость, окончательные полученные результаты.