

МЕЖДУНАРОДНЫЙ
СТАНДАРТ

ISO
2446

IDF
226

Второе издание
2008-09-01

Молоко. Метод определения жирности

Milk — Determination of fat content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2446:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-2446-2008>

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



Ссылочные номера
ISO 2446:2008(R)
IDF 226:2008(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 2446:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-2446-2008>



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 2446|IDF 226 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 2446|IDF 226 отменяет и заменяет первое издание (ISO 2446|IDF 226), в которое были внесены незначительные изменения.

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 и AOAC International 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 2446|IDF 226 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.

Вся работа была выполнена прежней Объединенной группой специалистов ISO/IDF/AOAC (E40-E301), которая в настоящее время входит в состав Совместной группы ISO-IDF *Жиры* Постоянного комитета *Основные компоненты молока*.

[ISO 2446:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-2446-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-2446-2008>

Молоко. Метод определения жирности

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает требования к методу Гербера для определения содержания жира в молоке и включает указания по определению подходящей вместимости пипетки для молока и по определению поправок, которые необходимо внести в результаты, если жирность молока не соответствует средней жирности (см. 6.1). Метод проверки вместимости пипетки для молока указан в Приложении А.

Этот метод применим для определения жирности жидкого молока, цельного или частично снятого, сырого или пастеризованного. С изменениями, приведенными в стандарте, этот метод применим к:

- a) молоку, содержащему консерванты (см. Раздел 11);
- b) молоку, подвергнутому процессу гомогенизации, в частности, к стерилизованному молоку и к молоку после сверх тепловой обработки (УНТ) (см. Раздел 12);
- c) снятому молоку (см. Раздел 13).

ПРИМЕЧАНИЕ Результат, полученный методом, указанным в Разделе 12 (модифицированный метод для молока после гомогенизации), может быть несколько выше.

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 488|IDF 105, *Молоко. Определение содержания жира. Бутирометры Гербера*

ISO 1211|IDF 1, *Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)*

3 Термины и определения

В настоящем документе применяются следующие термины и определения.

3.1

метод Гербера **Gerber method**

эмпирический метод, который дает значение содержания жира, выраженное или как массовая доля или как массовая концентрация — в зависимости от вместимости используемой пипетки для молока — т.е. такое же значение (или имеющее отношение к), которое получено при использовании контрольного метода, указанного в ISO 1211|IDF 1

ПРИМЕЧАНИЕ Массовая доля выражается в граммах жира на 100 г молока, а массовая концентрация – в граммах жира на 100 мл молока.

4 Принцип

Молочный жир в бутирометре отделяют путем центрифугирования после растворения белка серной кислотой, отделению способствует добавление небольшого количества изоамилового спирта. Градуировка бутирометра позволяет сразу же считывать показатель жирности.

5 Реактивы

Используют реактивы только установленного аналитического качества, если нет других указаний, и только дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Серная кислота

5.1.1 Требования

Плотность серной кислоты при 20° С должна составлять $(1,816 \pm 0,004)$ г/мл, что приблизительно соответствует $(90,4 \pm 0,8)$ % массовой доли H_2SO_4 . Кислота должна быть бесцветной или не темнее по цвету светлого янтаря, в ней не должно быть взвешенных примесей и она должна быть пригодна для использования при испытании, как указано в 5.1.2.

5.1.2 Проверка на пригодность

5.1.2.1 Цель проверки

Серная кислота может отвечать требованиям к плотности и прозрачности, изложенным в 5.1.1, и все же быть непригодной для использования в методе Гербера. Поэтому, перед использованием следует проверить кислоту на пригодность путем сравнения со стандартной серной кислотой.

5.1.2.2 Стандартная серная кислота

В дистиллированную воду добавляют серную кислоту [например, $w(H_2SO_4) = 98$ % массовой доли; $\rho_{20} = 1,84$ г/мл] для получения раствора плотностью в диапазоне, указанном в 5.1.1.

ПРИМЕЧАНИЕ Приблизительно 1 л стандартной серной кислоты можно получить, добавив 908 мл 98 % массовой доли серной кислоты к 160 мл воды, проверяя плотность разбавленной кислоты подходящим ареометром и при необходимости регулируя плотность добавлением небольших объемов воды или 98 % массовой доли кислоты.

5.1.2.3 Процедура сравнения

Определяют в двух экземплярах жирность на четырех пробах цельного молока со средним содержанием жира по указанному методу Гербера, используя бутирометры с погрешностью показания менее 0,01 % и стандартный изоамиловый спирт (5.2.6.2). В одной пробе каждой из пар используют 10 мл серной проверяемой кислоты, а в другой — 10 мл стандартной серной кислоты (5.1.2.2). Держат бутирометры в произвольном порядке после встряхивания и далее. Считывают показания с точностью до 0,01 % жира (показания должны быть сняты, по крайней мере, двумя лицами). Среднее значение жирности четырех проб молока, полученное с помощью проверяемой серной кислоты, не должно более чем на 0,015 % отличаться от среднего значения, полученного при использовании стандартной серной кислоты.

5.2 Изоамиловый спирт

5.2.1 Состав

Не менее 98 % объемной доли изоамилового спирта должно состоять из первичных спиртов 3-метилбутан-1-ола и 2-метилбутан-1-ола, единственно допустимыми существенными включениями являются 2-метилпропан-1-ол и бутан-1-ол. Спирт не должен содержать вторичные пентанола, 2-метилбутан-2-ол, фуран-2-аль (фурфурол, фуран-2-карбоксальдегид, 2-фуральдегид), бензин (моторный бензин) и производные бензола. Должны присутствовать только следы воды.

5.2.2 Физическое состояние

Изоамиловый спирт должен быть прозрачным и бесцветным.

5.2.3 Плотность

При температуре 20 °C изоамиловый спирт должен иметь плотность от 0,808 г/мл до 0,818 г/мл.

5.2.4 Фурфурол-2 и другие органические включения

При добавлении 5 мл изоамилового спирта к 5 мл серной кислоты (5.1) должен появиться только желтый или светло-коричневый цвет.

5.2.5 Температурный интервал при дистилляции

В процессе дистилляции изоамилового спирта при давлении 101,3 кПа¹⁾ не менее 98 % объемной доли должно перегоняться при температуре ниже 132 °C и не менее 5 % объемной доли - при температуре ниже 128 °C. После дистилляции не должно быть никакого сухого остатка.

Если во время дистилляции атмосферное давление ниже или выше 101,3 кПа, приведенные температуры должны соответственно понижаться или повышаться на 0,3 °C/кПа.

5.2.6 Проверка на пригодность

5.2.6.1 Цель проверки

Изоамиловый спирт может отвечать требованиям, изложенным в 5.2.15.2.5, и все же быть непригодным для метода Гербера. Поэтому, следует проверить пригодность изоамилового спирта до его использования, проведя следующую сравнительную проверку со стандартным амиловым спиртом.

5.2.6.2 Стандартный изоамиловый спирт

Проводят дистилляцию изоамилового спирта, отвечающего требованиям 5.2.15.2.5, пользуясь подходящей колонкой для фракционирования, и собирают фракции в диапазоне кипения от 2 °C до 128 °C и 131,5 °C (см. 5.2.5, абзац 2). Проводят следующие проверки фракций:

- a) при анализе методом газожидкостной хроматографии не менее 99 % объемной доли должно состоять из 3-метилбутан-1-ола и 2-метилбутан-1-ола. Кроме 2-метилпропана-1-ола и бутан-1-ола должны присутствовать только следы других посторонних включений;

1) 1 кПа = 10 мбар.

- б) при дистилляции по фракциям первые 10 % и последние 10 % при сравнении с процедурой, описанной в 5.2.6.3, должны показать значения содержания жира в молоке, которые будут отличаться не более чем на 0,015 %.

Если фракция отвечает обеим проверкам, то спирт может считаться стандартным изоамиловым спиртом. Стандартный изоамиловый спирт можно использовать в течение нескольких лет при условии, что он будет храниться в темном прохладном месте.

5.2.6.3 Процедура сравнения

Определяют в двух экземплярах жирность на четырех пробах цельного молока со средним содержанием жира по указанному методу Гербера, используя бутирометры с погрешностью показания менее 0,01 % и стандартную серную кислоту (5.1.2.2). В одной пробе каждой из пар используют 1 мл проверяемого изоамилового спирта, а в другой — 1 мл стандартного изоамилового спирта (5.2.6.2).

Держат бутирометры в произвольном порядке после встряхивания и далее. Считывают показания с точностью до 0,01 % жира (показания должны быть сняты, по крайней мере, двумя лицами).

Среднее значение жирности четырех проб молока, полученное с помощью проверяемого изоамилового спирта, не должно более чем на 0,015 % отличаться от среднего значения, полученного при использовании стандартного изоамилового спирта.

Вместо указанного изоамилового спирта можно использовать искусственный изоамиловый спирт или заменитель изоамилового спирта, при желании окрашенный, и при условии, что было проверено и продемонстрировано экспериментальным путем, что их применение не вызывает значительной разницы в результатах.

(standards.iteh.ai)

6 Аппаратура

6.1 Пипетка для молока.

ISO 2446:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fcffcf4-3909-42ea-be07-7afcf37b7981/iso-2446-2008)

6.1.1 Пипетка для молока, шарового типа, должна иметь одну линию градуировки, ее вместимость определяют как объем воды, в миллилитрах, при 20 °C (27 °C в тропических странах), набранный и выпущенный из нее, как указано в Приложении А.

Вместимость пипетки, определенная методом, указанным в Приложении А, не должна отличаться от номинальной вместимости, установленной согласно 6.1.3, более чем на 0,03 мл.

6.1.2 Вместимость пипетки должна быть такой, чтобы при ее использовании в соответствии с 9.2 (т.е. использования верха мениска молока при подгонке уровня молока к линии градуировки), и при любом методе выражения результата (см. Раздел 3), полученное значение жирности согласовывалось со значением жирности, полученным посредством контрольного метода, использующего цельное молоко, жирность которого эквивалентна принятой средней жирности молока национальной системы снабжения.

Некоторые молочные пипетки позволяют увидеть дно мениска молока во время пипетирования. При использовании подобных пипеток с молоком средней жирности, их вместимость должна отвечать требованиям предыдущего абзаца.

6.1.3 В каждой стране должна быть установлена соответствующая вместимость молочной пипетки (см. 6.1.1 и 6.1.2) путем проведения сравнительных определений с использованием метода Гербера и контрольного метода, указанного в ISO 1211|IDF 1, на большом числе образцов цельного молока с широким диапазоном жирности. Статистический анализ результатов этих определений вместе с знанием средней жирности молока в стране должен использоваться для установления подходящей вместимости молочной пипетки. Эти сравнительные определения, проведенные на цельном молоке, вместе с аналогичными определениями, проведенными на частично снятом молоке и на снятом молоке, также дадут поправки, которые можно, при желании или необходимости, применить к результатам описанного метода Гербера, когда молоко не имеет средней жирности. Эти

сравнительные определения проводятся с использованием бутирометров, погрешности показания шкалы которых не превышают 0,01 % жирности и показания округляются с точностью до 0,01 %.

6.1.4 Если значение жирности молока должно быть выражено в граммах жира на 100 мл молока, следует определить основу сравнения с контрольным методом.

6.2 **Бутирометр и пробка**, как указано в ISO 488|IDF 105.

Используют бутирометр, градуировка шкалы которого является наиболее пригодной для ожидаемой жирности молока. Для снятого молока используют бутирометр с показаниями жирности от 0 % до 0,5 %.

При рифленом горлышке бутирометра можно использовать пробки с замком или одно-, двухсторонние прочные резиновые пробки.

При гладком горлышке предпочтение следует отдавать пробкам с замком.

6.3 **Автоматическое дозирующее устройство, или безопасная пипетка**, для подачи (10,0 ± 0,2) мл серной кислоты (5.1), а в случае снятого молока (20,0 ± 0,2) мл.

6.4 **Автоматическое дозирующее устройство, или безопасная пипетка**, для подачи (1,0 ± 0,05) мл изоамилового спирта (5.2), а в случае снятого молока (2,0 ± 0,2) мл.

6.5 **Защищенный штатив**, для встряхивания бутирометров (6.2).

6.6 **Центрифуга**, в которой могут вращаться бутирометры, оснащенная индикатором частоты вращения, градуированным на число вращений в минуту с максимальным допуском в ± 50 вращений/мин, предпочтителен тип с вертикальной, а не с горизонтальной загрузкой.

Конструкция центрифуги должна быть такой, чтобы по окончании центрифугирования (см. 9.6) температура содержимого бутирометра была в пределах от 30 °С до 50 °С.

При полной нагрузке центрифуга должна создавать в течение 2 мин относительное центробежное ускорение в (350 ± 50)g на внешнем конце пробки бутирометра. Это ускорение создается центрифугами со следующими эффективными радиусами (горизонтальное расстояние между центром оси центрифуги и внешним концом пробки бутирометра), работающими с частотой вращения, указанной в Таблице 1.

Таблица 1 — Эффективный радиус центрифуги и частота вращения для создания центробежного ускорения (350 ± 50)g

Эффективный радиус мм	Вращения в минуту ± 70 оборотов/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, создаваемое в центрифуге, вычисляют по Формуле (1):

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

где

r — эффективный горизонтальный радиус, мм;

n — частота вращения, обороты/мин.

6.7 Водяная баня для бутирометров, поддерживающая температуру $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$, и в которой бутирометры (6.2) могут стоять в вертикальном положении, а их шкала должна быть полностью погружена в воду.

6.8 Термометр, который можно опускать в водяную баню (6.7).

6.9 Водяная баня, если необходимо, для подготовки проб для испытания (см. 8.1).

7 Отбор проб

В лабораторию следует отправить представительную пробу. Она не должна иметь повреждений или быть изменена во время транспортировки и хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый отбор проб приведен в стандарте ISO 707 | IDF 50^[1].

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Регулируют температуру лабораторной пробы до 20°C - 30°C , пользуясь при необходимости водяной баней. Тщательно, но осторожно перемешивают молоко, многократно переворачивая колбу с пробой, не допуская пенообразования или сбивания масла. При возникновении трудностей в диспергировании слоя сливок или появлении следов легкой пены медленно нагревают молоко до 34°C - 40°C в водяной бане при осторожном помешивании. При необходимости можно использовать подходящее перемешивающее устройство для диспергирования жира. После достижения равномерного распределения жира быстро регулируют температуру молока приблизительно до 20°C (приблизительно до 27°C в тропических странах, где молочная пипетка откалибрована на эту температуру). Дают молоку отстояться после последней регулировки температуры, чтобы поднялись воздушные пузырьки. В нормальных условиях для этого достаточно 3 мин - 4 мин. Но если использовалось перемешивающее устройство, то для этого может потребоваться до 2 ч, с дальнейшей регулировкой температуры.

ПРИМЕЧАНИЕ Если после приготовления пробы на стенках колбы видны белые частицы или на поверхности пробы виден жидкий жир, получить надежное значение содержания жира не представляется возможным.

8.2 Немедленно после приготовления пробы для испытания следует начинать и доводить до завершения без перерыва процедуру, описанную в Разделах 9, II, '2 или 13.

9 Методика испытания цельного и частично снятого молока

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Следует принять такие меры предосторожности, как использование защитных масок на лицо в случае случайного попадания брызг серной кислоты.

9.1 Отмеряют $(10 \pm 0,2)$ мл серной кислоты (5.1) в бутирометр (6.2), используя автоматическое дозирующее устройство или безопасную пипетку (6.3) таким образом, чтобы кислота не попала на горлышко бутирометра или не захватила воздух.

9.2 Осторожно переворачивают колбу с приготовленной пробой (Раздел 8) три-четыре раза и немедленно отмеряют требуемый объем молока в бутирометр следующим образом.