
**Молоко. Определение содержания
жира. Гравиметрический метод
(Контрольный метод)**

*Milk — Determination of fat content — Gravimetric method
(Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

ISO 1211:2010

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>

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



Ссылочные номера
ISO 1211:2010(R)
IDF 1:2010(R)

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 интегрированные шрифты и они не будут установлены на 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 или IDF не несут никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1211:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2010

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

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения.....	1
4 Принцип	2
5 Реактивы.....	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб	4
8 Приготовление пробы для испытания	4
9 Методика.....	4
9.1 Общие положения	4
9.2 Проба для анализа	4
9.3 Контрольные опыты	4
9.4 Подготовка жироборника	5
9.5 Определение	5
10 Расчет и выражение результатов	8
10.1 Расчет.....	8
10.2 Выражение результатов.....	8
11 Прецизионность.....	8
11.1 Межлабораторное испытание.....	8
11.2 Повторяемость	9
11.3 Воспроизводимость.....	9
12 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информативное) Примечания по методикам	10
Приложение В (информативное) Альтернативная методика с использованием экстракционных пробирок для извлечения жира с сифонными или промывочными фитингами	12
Приложение С (информативное) Межлабораторное испытание сырого молока.....	15
Приложение D (информативное) Межлабораторное испытание сырого овечьего и сырого козьего молока.....	17
Библиография	18

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.

ISO 1211|IDF 1 разработан 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.

Настоящее третье издание ISO 1211|IDF 1 отменяет и заменяет второе издание (ISO 1211:1999), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Предисловие

Международная федерация по молочному животноводству (IDF) является некоммерческой организацией, представляющей всемирное молочное животноводство. Членами IDF являются Национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации по молочному животноводству, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности с IDF. Каждый член IDF 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.

Основная задача Постоянных комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Постоянными комитетами, рассылаются Национальным комитетам для утверждения до опубликования в качестве международных стандартов. 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 1211|IDF 1 подготовлен Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/ТС 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена под руководством совместной ISO-IDF проектной группы по *Определению жира в молоке* Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения состава* под руководством г-на С. Орландини (Италия).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211:2010>
Настоящее издание ISO 1211|IDF 1 отменяет и заменяет IDF 1D:1996, которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть ознакомлены с обычной лабораторной практикой. В этом стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья, а также обеспечение соответствия условиям национальных регламентов.

1 Область применения

Настоящий международный состав устанавливает контрольный метод определения содержания жира в молоке хорошего физико-химического качества.

Данный метод применим к сырому коровьему молоку, сырому овечьему молоку, сырому козьему молоку, восстановленному жирному молоку, обезжиренному молоку, молоку, подвергнутому консервирующей обработке химическими веществами, и обработанному питьевому молоку.

Метод не применим в том случае, когда требуется более высокая точность для обезжиренного молока, например, для установления эффективности эксплуатации сепараторов для отделения сливок.

ПРИМЕЧАНИЕ В ISO 7208^[7] установлен специальный метод для обезжиренных молочных продуктов.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3889 | IDF 219, *Молоко и молочные продукты. Технические условия на колбы типа Можонье для экстракции жира*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

3.1

содержание жира в молоке **fat content of milk**

массовая доля веществ, определенная по методике, установленной в этом международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание жира выражают как массовую долю в процентах.

4 Принцип

Экстрагируют аммиачно-этанольный раствор пробы для испытания диэтиловым и петролевым эфирами. Удаляют растворители перегонкой или выпариванием. Определяют массу экстрагированных веществ.

ПРИМЕЧАНИЕ Этот принцип известен как метод Розе-Готлиба.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты, если нет других указаний, и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

Реактивы не должны оставлять заметного осадка, если определение проводится установленным методом (см. 9.3.2).

5.1 Аммиачный раствор, содержащий массовую долю NH_3 примерно 25 % [$\rho_{20}(\text{NH}_3) = 910$ г/л].

Если аммиачный раствор этой концентрации отсутствует, можно использовать более концентрированный раствор известной концентрации (см. 9.5.1).

5.2 Этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола, по меньшей мере, 94 % (см. А.4).

5.3 Раствор конго красного.

Растворяют 1 г конго красного ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл (6.14). Разбавляют до метки водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Использование этого раствора, который позволяет различать границу раздела между растворителем и водными слоями более четко, не является обязательным (см. 9.5.2). Можно использовать другие водные растворы красителей при условии, что они не влияют на результат определения.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Конго красный является канцерогенным веществом.

5.4 Диэтиловый эфир ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$), не содержащий пероксидов (см. А.3) и соответствующий требованиям к контрольному опыту (см. 9.3.2 и А.2).

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Использование диэтилового эфира может привести к опасным ситуациям. Следует соблюдать современные меры предосторожности при обращении с ним, использовании и удалении.

5.5 Петролевым эфир, с диапазоном кипения от 30 °С до 60 °С, или в качестве эквивалента пентан ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) с температурой кипения 36 °С, соответствующие требованиям к контрольному опыту (см. 9.3.2, А.1 и А.2).

5.6 Смешанный растворитель.

Незадолго перед использованием смешивают равные объемы диэтилового эфира (5.4) и петролевого эфира (5.5).

6 Аппаратура

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Поскольку определение включает использование летучих воспламеняемых растворителей, вся применяемая электрическая аппаратура должна отвечать нормативным актам, касающимся опасностей, возникающих при использовании таких растворителей.

Обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая.

6.1 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 1 мг и возможностью считывания до 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная удерживать экстракционные колбы или пробирки (6.6) и обеспечивающая центрифугирование с частотой вращения от 500 мин⁻¹ до 600 мин⁻¹ для создания радиального ускорения от 80g до 90g на наружном конце колб или пробирок.

Использование центрифуги необязательно, но рекомендуется (см. 9.5.5).

6.3 Аппарат для перегонки или выпарной аппарат, пригодный для перегонки растворителей и этанола из длинногорлых или конических колб либо для выпаривания из чашек (см. 9.5.12) при температуре, не превышающей 100 °С.

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

Шкаф должен быть оснащен подходящим термометром.

6.5 Водяная баня, способная поддерживать температуру от 35 °С до 40 °С.

6.6 Экстракционные колбы Можонье, как указано в ISO 3889 | IDF 219.

ПРИМЕЧАНИЕ Также возможно использовать экстракционные пробирки для извлечения жира с сифонными или промывочными фитингами, но тогда методика будет другая (см. Приложение В).

Экстракционные колбы для извлечения жира должны иметь качественные корковые пробки или пробки из другого материала [например, из силиконового каучука или политетрафторэтилена (PTFE)], на который не влияют используемые реактивы. Корковые пробки должны быть проэкстрагированы диэтиловым эфиром (5.4), выдержаны в воде при температуре 60 °С или выше, по меньшей мере, 15 мин и затем оставлены для охлаждения в воде, чтобы они были насыщены водой при использовании.

6.7 Штатив, пригодный для удерживания экстракционных колб (или пробирок) (6.6).

6.8 Промывалка, пригодная для использования со смешанным растворителем (5.6).

Не должны использоваться пластмассовые промывалки.

6.9 Жиросборники, такие как длинногорлые колбы (плоскодонные) вместимостью 125 мл-250 мл, конические колбы вместимостью 250 мл или металлические чашки.

Если используются металлические чашки, они должны быть из нержавеющей стали, плоскодонные, диаметром от 80 мм до 100 мм и высотой примерно 50 мм.

6.10 Вспомогательные средства для кипячения, обезжиренные, такие как непористый фарфор, карбид кремния или стекло. Их использование необязательно.

6.11 Мерные цилиндры, вместимостью 5 мл и 25 мл, ISO 4788^[4] класс А, или любая другая мерная посуда, пригодная для рассматриваемого продукта.

6.12 Пипетки, градуированные, вместимостью 10 мл, ISO 835^[2] класс А.

6.13 Щипцы, из металла, пригодные для захвата колб, стаканов или чашек.

6.14 Мерная колба с одной меткой, вместимостью 100 мл, ISO 1042^[3] класс А.

7 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707 | IDF 50^[1].

Важно поставлять в лабораторию действительно представительную пробу, которая не была подвергнута порче или изменению во время транспортировки или хранения.

От момента отбора проб и до начала проведения методики хранят лабораторные пробы при температуре 2 – 6 °C.

8 Приготовление пробы для испытания

Используя водяную баню (6.5), нагревают пробу для испытания до температуры $38\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Осторожно и тщательно перемешивают пробу для испытания, не допуская вспенивания или сбивания молочного жира. Затем быстро охлаждают пробу для испытания до $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Если можно получить гомогенную пробу без предварительного нагревания (например, для проб обезжиренного молока), доводят пробу для испытания до температуры $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, затем осторожно и тщательно перемешивают, многократно переворачивая склянку для отбора проб.

Нельзя ожидать достоверного значения содержания жира:

- a) если происходит сбивание молока;
- b) если ощутим отчетливый запах свободных жирных кислот;

ПРИМЕЧАНИЕ Козье молоко по природе имеет низкий уровень свободных жирных кислот, которые не полностью экстрагируются при использовании этого метода.

- c) если во время или после приготовления пробы для испытания на стенках склянки для отбора проб видны белые частицы или на поверхности пробы имеются жировые капли.

9 Методика

9.1 Общие положения

Если требуется проверить, удовлетворяются ли требования к пределу повторяемости (11.2), выполняют два отдельных определения в соответствии с 9.2 – 9.5.

ПРИМЕЧАНИЕ Альтернативная методика с использованием экстракционных пробирок с сифонными или промывочными фитингами (см. ПРИМЕЧАНИЕ к 6.6) приведена в Приложении В.

9.2 Проба для анализа

Перемешивают приготовленную пробу для испытания (Раздел 8), осторожно переворачивая склянку для отбора проб три или четыре раза. Сразу же взвешивают с точностью до 1 мг непосредственно или по разности 10 – 11 г пробы для испытания в экстракционной колбе (6.6).

Переносят пробу для анализа по возможности полностью в нижнюю (малую) емкость экстракционной колбы.

9.3 Контрольные опыты

9.3.1 Контрольный опыт для проверки метода

Выполняют контрольный опыт одновременно с определением, используя ту же самую методику и те же реактивы, но заменяя пробу для анализа, указанную в 9.2, 10 мл воды (см. А.1).

Если анализируется партия проб для испытания, то количество циклов сушки может меняться для различных проб. Если для всей партии используется одна контрольная проба, то гарантируют, что контрольное значение, используемое для расчета содержания жира в любой отдельной пробе, было получено в тех же самых условиях, что и для отдельной пробы для испытания.

Если значение, полученное в контрольном опыте, регулярно превышает 1,0 мг, проверяют реактивы, если это не было сделано недавно (9.3.2). Поправки более 2,5 мг следует указать в протоколе испытания.

9.3.2 Контрольный опыт для проверки реактивов

Для проверки качества реактивов выполняют контрольный опыт, как указано в 9.3.1. Дополнительно используют пустой жироборник, подготовленный в соответствии с 9.4, для контроля массы. Реактивы не должны оставлять остатка более 1,0 мг (см. Раздел А.2).

Если остаток после окончания контрольного опыта для проверки реактивов превышает 1,0 мг, отдельно определяют остаток от растворителей, перегоняя по 100 мл диэтилового эфира (5.4) и петролейного эфира (5.5) соответственно. Используют пустой жироборник, подготовленный для контроля, как указано в предыдущем параграфе, для получения истинной массы остатка, которая не должна превышать 1,0 мг.

Заменяют неудовлетворительные реактивы или растворители либо повторно перегоняют растворители.

9.4 Подготовка жироборника

Сушат жироборник (6.9) с некоторым количеством вспомогательных средств для кипячения (6.10) в сушильном шкафу (6.4), установленном на температуру $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, в течение 1 ч.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Эти средства желательно применять для обеспечения равномерного кипения во время последующего удаления растворителей, особенно при использовании стеклянных жироборников.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010-idf-1-2010>
Оставляют защищенный от пыли жироборник для охлаждения в комнате для взвешивания. Охлаждают стеклянный жироборник в течение по меньшей мере 1 ч, а металлическую чашку в течение по меньшей мере 30 мин. Чтобы избежать недостаточного или слишком длительного времени охлаждения не охлаждают жироборник в эксикаторе.

С помощью щипцов (6.13) помещают жироборник на весы. Взвешивают жироборник с точностью до 1,0 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Использование щипцов эффективно защищает от изменений температуры.

9.5 Определение

9.5.1 Начинают определение в пределах 1 ч от момента взвешивания пробы.

Добавляют 2 мл аммиачного раствора (5.1) или эквивалентный объем более концентрированного аммиачного раствора (см. 5.1) к пробе для анализа в экстракционной колбе (9.2). Тщательно перемешивают с пробой для анализа в малой емкости экстракционной колбы.

9.5.2 Добавляют 10 мл этанола (5.2). Осторожно, но тщательно перемешивают, позволяя содержимому экстракционной колбы перетекать взад и вперед между малой и большой емкостями. Следует избегать, чтобы жидкость слишком близко подходила к горлу колбы. Если необходимо, добавляют 2 капли раствора конго красного (5.3).

9.5.3 Добавляют 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закрывают экстракционную колбу корковой пробкой, насыщенной водой, или пробкой из другого материала, смоченной водой (6.6). Энергично, но не чрезмерно, встряхивают колбу в течение 1 мин, чтобы избежать образования устойчивой эмульсии.