

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
11870**

**IDF
152**

Второе издание
2009-10-01

Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Общие руководящие указания по использованию бутирометрических методов

*Milk and milk products — Determination of fat content — General
guidance on the use of butyrometric methods*
(standards.iteh.ai)

ISO 11870:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308bf65c-db22-437d-8de0-4be89f89ce74/iso-11870-2009>

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



Ссылочные номера
ISO 11865:2009(R)
IDF 152:2009(R)

© ISO и IDF 2009

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 вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Ни Центральный секретариат ISO, ни IDF не несут никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным 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 11870:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308bf65c-db22-437d-8de0-4be89f89ce74/iso-11870-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2009

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 по соответствующему адресу, указанному 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 работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые 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.

Обращается внимание на возможность патентования некоторых элементов данного международного стандарта. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 11870|IDF 152 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной молочной федерацией (IDF). Он публикуется совместно ISO и IDF.

Это второе издание ISO 11870|IDF 152 отменяет и заменяет первое издание (ISO 11870:2000), являясь его незначительным пересмотром.

Введение

Международная молочная федерация (IDF) является некоммерческой организацией, представляющей мировой молочный сектор. Членами IDF являются национальные комитеты в каждой стране-члене, а также региональные молочные ассоциации, подписавшие официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. Все члены IDF имеют право быть представленными в постоянных комитетах IDF, выполняющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO в разработке стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Главной задачей постоянных комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые рабочими группами и постоянными комитетами рассылаются национальным комитетам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50% национальных комитетов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. IDF не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 11870|IDF 152 был подготовлен Международной молочной федерацией (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34 *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5 *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт публикуется совместно IDF и ISO.

Вся работа была проделана бывшей Совместной группой экспертов ISO-IDF (E301 — *Жиры*), которая является сейчас частью Совместной инициативной группы ISO-IDF Постоянного комитета по *Основным компонентам в молоке*.

Настоящее издание ISO 11870|IDF 152 отменяет и заменяет IDF 152A:1997, являясь его незначительным пересмотром.

Введение

Применение контрольных методов для определения жира в молоке и молочных продуктах требует много времени и некоторого опыта, чтобы получить надежные результаты.

Бутирометрические методы, которые проще в применении, обеспечивают возможность быстрого определения содержания жира для различных молочных продуктов. Поэтому они используются в большинстве промышленных лабораторий в качестве экспресс- метода для текущих проверок

Два кислотно-бутирометрических метода, используемые для определения содержания жира в молоке (метод Гербера) и сыре (метод Ван Гулика), являются объектами международных стандартов. Аппаратура также стандартизована.

Кроме того есть другие бутирометрические методы и бутирометры, которые описаны или применяются в разных странах для других типов продуктов (сливки, сухое молоко и др.).

Хотя для конкретного типа продукта существует только одна процедура в качестве контрольного метода, это не относится к бутирометрическим методам. В разных странах могут применяться различные методы для одного типа продукта, что создает много проблем для гармонизации таких процедур.

Другая проблема относится к применимости таких методов. Действительно, с развитием производственных технологий молочные продукты становятся все более разнообразными, так что невозможно определить метод, который можно применять для всех видов одного типа продукта (молоко, сыр, сливки и т.д.). Испытания это подтвердили и показали, что бутирометрические методы, уже стандартизованные, применимы в самом широком диапазоне.

Таким образом, это общее руководство разработано для использования вместе с существующими международными стандартами.

Молоко и молочные продукты. Определение содержания жира. Общие руководящие указания по использованию бутирометрических методов

1 Область применения

Настоящий международный стандарт дает руководящие указания по:

- a) существующим стандартизованным методам (контрольным и бутирометрическим) для определения жира в различных молочных продуктах;
- b) принципам, на которых основан любой кислотно-бутирометрический анализ, и по основным рабочим требованиям;
- c) процедуре валидации бутирометрического метода относительно соответствующего контрольного метода.

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 2446|IDF 226:2008, *Молоко. Определение содержания жира*

ISO 3433|IDF 222, *Сыр. Определение содержания жира. Метод Ван Гулика*

3 Сущность метода

Принципы любого бутирометрического метода остаются постоянными независимо от анализируемого продукта. Белок растворяется серной кислотой. Жир в продукте отделяют посредством центрифугирования в бутирометре. Отделение усиливается при добавлении небольшого количества изоамилового спирта. Затем непосредственно считывают показания по шкале бутирометра с поправкой или без поправки.

4 Методы для определения содержания жира

Методы для определения содержания жира основаны на кислотно-бутирометрическом и контрольном гравиметрическом методах.

Метод Гербера установлен в ISO 2446|IDF 226, а метод Ван Гулика в ISO 3433|IDF 222. Существующие бутирометрические и контрольные методы для большинства молочных продуктов приведены в Таблице А.1.

5 Реактивы

Используются реактивы только признанного аналитического класса, если не указаны другие, и

дистиллированная или деминерализованная вода или вода эквивалентной чистоты.

5.1 Серная кислота, чистая, бесцветная или светло-желтая и не содержащая примесей.

5.2 Изоамиловый спирт. Объемная доля изоамилового спирта не менее 99 % должна состоять из первичных спиртов 3-метилбутан-1-ол и 2-метилбутан-1-ол, при этом единственными допустимыми большими примесями являются 2-метилпропан-1-ол и бутан-1-ол. Она не должна включать вторичные пентанола, 2-метилбутан-2-ол, фуран-2-ал (фурфурал, фуран-2-карбоксалдегид, 2-фуралдегид), газолин (бензин) и производные бензола. Присутствует не более чем след воды.

6 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование, и в частности, следующее.

6.1 Бутирометр и пробка, подходящие для используемого метода.

6.2 Дозаторы, для кислоты и спирта, для точной подачи требуемых объемов с достаточной повторяемостью.

6.3 Центрифуга, в которой помещается бутирометр, оснащенная спидометром, который указывает частоту вращения с максимальным допуском ± 70 об/мин, предпочтительно с вертикальным, а не с горизонтальным типом нагрузки.

Центрифуга должна быть способна поддерживать температуру содержимого бутирометра между 30 °C и 50 °C после центрифугирования.

Использование нагретой центрифуги допускается при условии, что полученные результаты соответствуют контрольному методу.

Нагруженная центрифуга должна быть способна создавать в течение 2 мин относительное центробежное ускорение $350g \pm 50g$ у наружного конца пробки бутирометра. Это ускорение создается центрифугами с эффективным радиусом (горизонтальное расстояние между центром оси вращения центрифуги и внешним концом пробки бутирометра), который приведен в Таблице 1, при показанной спидометром скорости.

Таблица 1 — Центробежные ускорения

| Эффективный радиус мм | Обороты в минуту ± 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 |

Относительное центробежное ускорение, создаваемое в центрифуге, α , определяется уравнением:

$$\alpha = 1,12 m^2 \times 10^{-6}$$

где

- r эффективный горизонтальный радиус, в миллиметрах;
 n частота вращения, число оборотов в минуту.

6.4 Пипетка или **аналитические весы**, достаточно точные, чтобы обеспечить точное распределение при приготовлении испытательного образца.

6.5 Водяная баня, термостатически регулируемая, способная поддерживать все устройство при требуемой равномерной температуре и обеспечивающая достаточную глубину для поддержания бутирометров в вертикальном положении, чтобы деления шкалы были полностью погружены.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в этом международном стандарте. Рекомендованный метод отбора проб дан в ISO 707 | IDF 50^[2].

В лабораторию должна быть отправлена репрезентативная проба. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

8 Приготовление испытательного образца

Относительно каждого анализируемого продукта следует обращаться к соответствующему контрольному методу.

9 Процедура

Образец для испытания точно и быстро берут из однородной пробы. Образец готовят к испытанию, растворяя белок при встряхивании, и записывают тип встряхивания (вертикальное или горизонтальное, частоту или амплитуду и т.д.).

Центрифугируют в течение установленного времени с заданной центробежной силой. Быстро снимают показания непосредственно при извлечении из водяной бани. Если жир охлаждается, его объем уменьшается, и полученные результаты будут неправильными.

Если показания снимают вручную, бутирометр держат вертикально, чтобы отметка на шкале была на уровне глаз. Во время этого процесса пробку держат совершенно неподвижно.

Если жир мутный или темного цвета или если имеется белое либо черное вещество на дне столбика жира, значение для содержания жира будет недостоверным.

Если раздел фаз не четкий, повторное центрифугирование дает слишком высокий результат. В таких случаях анализ повторяют.

10 Уход за бутирометрами

После снятия показаний переворачивают бутирометры в штативе пробками вверх. Приблизительно через 30 мин жир из колбы и градуированной трубки поднимается вверх под пробкой. Пока бутирометры еще горячие, осторожно извлекают пробки, держа открытый конец близко ко дну слива.

Опорожненные бутирометры, которые все еще горячие, моют подходящим детергентом, не используя щеток, а просто энергично встряхивая. Погружают бутирометры в воду, содержащую детергент, затем наполняют и опустошают их несколько раз и энергично встряхивают, обращая особое внимание на малую колбу.

Бутирометры прополаскивают три раза горячей водой (т.е. используя три отдельных объема воды, энергично встряхивая и опустошая каждый раз).

В завершение бутирометры встряхивают наиболее интенсивно и оставляют для стекания остатков из открытого конца. Их можно использовать сразу, несмотря на то что они еще влажные. Однако их нужно снова встряхнуть непосредственно перед использованием, чтобы в максимальной степени удалить капли воды, которые еще внутри.

11 Принцип валидации для бутирометрического метода путем сравнения с соответствующим контрольным методом

Какой бы бутирометрический метод ни использовался и какой бы продукт ни анализировался, этот метод является только эмпирическим. Полученный результат должен быть сравним с результатом, полученным контрольным методом. Поэтому всем лабораториям следует валидировать свои бутирометрические методы путем сравнения с соответствующим контрольным методом.

Корректировка результатов кислотно-бутирометрического метода по результатам контрольного метода выполняется путем варьирования ряда параметров и особенно следующих:

- a) концентрации кислоты;
- b) температуры водяной бани;
- c) физических свойств бутирометра, таких как объем большой колбы, длина/или ширина градуированной трубки, форма градуированной трубки и шкала делений.

Критерием оптимальной настройки является абсолютная разность между результатом, полученным (модифицированным) рутинным методом, и результатом контрольного метода, которая должна быть сведена к минимуму.

Когда обнаружено, что набор всех условий для рутинного метода дает эквивалентные результаты, эта эквивалентность должна быть подтверждена путем сравнения параллельных определений этими двумя методами на нескольких пробах. Результаты для каждого набора проб можно сравнивать, используя *t*-тест Стьюдента.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Это испытание предполагает, что дисперсии двух методов одинаковы. В сомнительном случае это следует проверить.

Так как найденные оптимальные условия могут быть действительными только для ограниченного диапазона концентраций анализируемого вещества, следует протестировать весь диапазон, для которого используется этот рутинный метод. При параллельном анализе это можно сделать обоими методами (рутинным и контрольным) с пробами, охватывающими весь диапазон содержания жира. Эквивалентность обоих методов должна быть затем установлена путем сравнения результатов для каждой пробы с использованием *t*-теста. При необходимости результаты испытания всего диапазона можно использовать, чтобы создать таблицу поправок [см. также ISO 8196 (все части) | IDF 128 (все части)^[13]].

Следует подчеркнуть, что в лабораториях, в которых всегда верифицируют один и тот же вид продукта, изготовленного с использованием одного и того же производственного процесса, корректировка результатов, полученных бутирометрическим методом, по результатам контрольного метода, должна быть как можно более точной. Абсолютная разность должна приближаться к нулю.

Если лаборатория должна определить содержание жира в продуктах одного и того же вида, но разного происхождения, то у нее возникают проблемы при регулировке бутирометрического метода, чтобы получить значение, идентичное в каждом случае значению контрольного метода.

Даже для стандартизованных бутирометрических методов рекомендуются регулярные проверки, потому что такие методы помимо всех уже перечисленных причин для изменений имеют свои собственные ограничения (см. Приложение А).