|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ ISO 23319**  *(проект, KZ,*  *первая редакция)* |

**СЫР И ПЛАВЛЕНЫЕ СЫРНЫЕ ПРОДУКТЫ, КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ**

**Определение содержания жира**

**Гравиметрический метод**

(ISO 23319:2022, IDT)

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

# Минск

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202\_**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в разделе 4

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №\_\_\_\_\_от\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_)

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК  (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование  национального органа  по стандартизации |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту  
ISO 23319:2022 «Сыр, продукты из плавленого сыра, казеины и казеинаты. Определение содержания жира. гравиметрический метод» («Cheese and processed cheese products, caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method», IDT)

Международный стандарт разработан ISO/TC 34, Пищевая продукция, Подкомитет SC 5, Молоко и молочная продукция, и Международной федерацией по молочному животноводству (IDF), в сотрудничестве с Техническим комитетом Европейского комитета по стандартизации (CEN) CEN/TC 302 «Молоко и молочные продукты - Методы отбора проб и анализа», в соответствии с Соглашением о техническом сотрудничестве между ISO и CEN (Венское соглашение).

Перевод с английского языка (en)

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений – в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**Содержание**

|  |  |
| --- | --- |
| 1 Область применения............................................................................................5  2 Нормативные ссылки............................................................................................5  3 Термины и определения.......................................................................................5  4 Принцип..................................................................................................................6  5 Реагенты...................................................................................................................6  6 Приборы.................................................................................................................6  7 Отбор проб.............................................................................................................8  8 Подготовка образца для испытаний.................................................................. .8  [8.1 Сыр.........................................................................................................](#bookmark31)....... ......8  [8.2 Казеины и казеинаты.........................................................................](#bookmark32).................9  [9 Процедура...................................................................................................](#bookmark33)............9  9.1 Отбираемая проба...............................................................................................9  9.2 Холостая проба..................................................................................................10  9.3 Подготовка сосуда для сбора жира..................................................................10  9.4 Определение......................................................................................................10  10 Расчет и выражение результатов............................................................ .........14  11 Точность...............................................................................................................15  11.1 Межлабораторная проверка............................................................................15  11.2 Повторяемость.................................................................................................15  11.3 Воспроизводимость....................................................... ................................15  11.4 Протокол испытаний........................................................................................16  [Приложение A (справочное) Дополнительные процедуры............](#bookmark55)................. ..17  [Приложение B (справочное) Модель трубки для извлечения жира с сифоном или штуцером промывной колбы..............................................](#bookmark61).......................... .19  [Приложение C (справочное) Межлабораторные испытания сыров........... . ...](#bookmark63)20  [Приложение D (справочное) Межлабораторные испытания казеинов и казеинатов...................................................................................](#bookmark65)..............................21  [Библиография..................................................................................................](#bookmark68)..... ...22 |  |

|  |
| --- |
| **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ** |
| СЫР, ПРОДУКТЫ ИЗ ПЛАВЛЕНОГО СЫРА, КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ  Определение содержания жира  Гравиметрический метод  Cheese and processed cheese products, caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method |

**Дата введения –**

**1 Область применения**

В настоящем стандарте установлен метод определения содержания жира во всех видах сыра и плавленой сырной продукции, содержащих лактозу в количестве менее 5% (массовая доля) от нежирных сухих веществ, а также во всех видах казеина и казеинатов.

Метод не применяется к свежим видам сыра, содержащим, например, фрукты, сироп или мюсли. Для таких продуктов принцип Шмидт-Бондзински-Ратзлаф (ШБР) не применяется из-за высокой концентрации сахаров.

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок следует использовать только указанное издание, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения):

ISO 565*,* Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий (Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings).

ISO 3889 | IDF 219*,* Молоко и молочные продукты. Колбы типа Можонье для экстракции жира. Технические требования (Milk and milk products — Specification of Mojonnier-type fat extraction flasks).

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

ISO и IEC поддерживают следующие терминологические базы данных для использования в стандартизации:

- ISO онлайн платформа для просмотра файлов: доступно на сайте https://www.iso.org/obp.

- Электропедия IEC: доступно на сайте http: //www. electropedia.org/.

*проект, KZ, первая редакция*

3.1

содержание жира

массовая доля веществ, определяемая по методике, указанной в настоящем документе

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к термину: Содержание жира выражается в процентах по массе.

**4 Принцип**

Отбираемую пробу обрабатывают соляной кислотой, затем добавляют этанол. Затем кислотно-этанольный раствор экстрагируют диэтиловым эфиром и петролейным эфиром. Растворители удаляют путем дистилляции или выпаривания. Определяют массу экстрагированных веществ, растворимых в петролейном эфире.

ПРИМЕЧАНИЕ: Этот метод известен как принцип Шмидта-Бондзински-Ратзлафа.

**5 Реагенты**

Используйте только реагенты признанного аналитического класса, если не указано иное, и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты. Реагенты не должны оставлять заметного остатка при определении указанным методом (см. [Приложение A](#bookmark55)).

5.1 Концентрированная соляная кислота, содержащая массовую долю HCl около 36% (P20 = 1,18 г/мл).

5.2 Разбавленная соляная кислота, содержащая массовую долю около 25% (p20 = 1,125 г/мл).

Разбавьте 675 мл концентрированной соляной кислоты (5.1) до 1 000 мл водой и перемешайте, или используйте разбавленную соляную кислоту, если она доступна в продаже.

[5](#bookmark60).3 Этанол, (C2H5OH), не менее 94 % (объемная доля), или этанол, денатурированный метанолом, содержащий объемную долю этанола не менее 94%, см. А.5. Приложение А.

Этанол, денатурированный не метанолом, может использоваться при условии, что денатурат не влияет на результат определения (см. [A.5](#bookmark60) Приложение А).

[5](#bookmark59).4 Диэтиловый эфир (C2H5OC2H5), без перекиси (см. A.3) и не содержащий или содержащий не более 7 мг/кг антиоксидантов (см. [A.4](#bookmark59) Приложение А).

5.5 Петролейный эфир, с интервалом кипения от 30 °C до 60 °C или, пентан [CH3(CH2)3CH3] в качестве аналога, с точкой кипения 36 °C.

[5](#bookmark10).6 Смешанный растворитель, подготовленный незадолго до применения путем смешивания равных объемов диэтилового эфира ([5.4](#bookmark9)) и петролейного эфира ([5.5](#bookmark10)).

**6 Приборы**

Обычное лабораторное оборудование, в особенности, следующее.

6.1 Аналитические весы, с точностью взвешивания до 1 мг, с четкостью 0,1 мг.

6.2 Центрифуга, способная удерживать колбы или пробирки для экстрагирования жировых веществ (6.6 и 6.7) и способная создавать радиальное ускорение около 80-90 г на внешнем конце колбы или пробирки.

ПРИМЕЧАНИЕ: Использование центрифуги необязательное, но рекомендуется. (см. [9.4.7](#bookmark40)).

6.3 Установка для дистилляции и выпаривания, обеспечивает возможность дистилляции растворителей и этанола из колб для сбора жира или выпаривание из мензурок и посуды при температуре не выше 100 °C.

6.4 Сушильная камера, с электрообогревом, с полностью открытым вентиляционным отверстием, способная поддерживать температуру 102 °C ± 2 °C во всем рабочем пространстве. Альтернативно, вакуумный сушильный шкаф, способный поддерживать температуру 72,5 °C ± 2,5 °C. Может использоваться давление менее 600 мбар (50 мм рт.ст.). Сушильная печь должна быть оборудована подходящим термометром.

6.5 Водяная баня или горячая плита.

6.6 Колбы типа Можонье для экстракции жира, как указано в ISO 3889 | IDF 219.

6.7 Колбы для экстракции жира с трубками для экстракции жира.

Также можно использовать трубки для экстракции жира с сифоном или штуцерами промывной колбы. В качестве примера см. модель на [Рисунке B.1](#bookmark62).

6.8 Пробки

Колбы или пробирки (6.6 и 6.7) должны иметь пробки из различных материалов, например, из пробкового дерева, силиконового каучука, политетрафторэтилена (ПТФЭ) или стекла, не изменяющиеся под действием используемых реагентов. Пробки из пробкового дерева промывают диэтиловым эфиром (5.4) и держат в воде при температуре 60 °C или выше в течение не менее 15 минут. Затем им дают остыть в воде, чтобы при использовании они были пропитанными.

6.9 Полка, для удержания колб и пробирок для экстракции жира.

[6](#bookmark11).10 Промывная колба, подходит для применения со смешанным раствором ([5.6](#bookmark11)). Пластиковую промывную колбу использовать запрещено.

6.11 Сосуды для сбора жира.

Например:

- колбы для кипячения с плоским дном, вместимостью от 125 мл до 250 мл;

- конические колбы вместимостью 250 мл;

- металлическая посуда.

Если используется металлическая посуда, желательно, чтобы она была из нержавеющей стали, имела плоское дно, диаметром от 80 до 100 мм и высоту около 50 мм. Запрещается использовать алюминиевую посуду.

6.12 Средства кипячения, не содержат жира, из непористого фарфора или карбида кремния, или стеклянных гранул. Использование стеклянных гранул необязательно при использовании металлической посуды.

6.13 Мерные цилиндры или диспенсеры, вместимостью от 5 до 25 мл.

6.14 Пипетка или диспенсер, градуированные, для переноса 10 мл.

6.15 Щипцы, изготовленные из металла, способные удерживать колбы, пробирки или посуду.

6.16 Листы из целлюлозной пленки, нелакированные, растворимые в соляной кислоте, толщиной от 0.03 мм до 0.05 мм, размером примерно 50 мм х 75 мм. Листы должны быть инертными в условиях испытания.

6.17 Устройство для натирания или измельчения, для измельчения или натирания лабораторного образца, при необходимости. Это устройство должно быть таким, чтобы не выделялось излишнее тепло, и не происходила утрата влаги. Не допускается использование молотковой мельницы.

6.18 Контрольное сито, из тканой проволочной сетки, диаметр 200 мм, номинальный размер отверстий 500 мкм, с приемником, соответствующим требованиям ISO 565.

6.19 Контейнер с крышкой, герметичный, такого объема, чтобы образец для испытаний можно было смешать путем встряхивания.

6.20 Мензурка или колба, объемом 100 мл.

**7 Отбор проб**

Репрезентативная проба должна быть отправлена в лабораторию. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящем документе. Рекомендуемый метод отбора проб представлен в ISO 707 | IDF 50[1].

С момента отбора проб и до начала процедуры испытываемые пробы должны храниться при температуре от 2 °С до 6 °С в случае сыра и при комнатной температуре в случае казеина и казеинатов.

**8 Подготовка образца для испытаний**

**8.1 Сыр**

Перед проведением анализа необходимо удалить корку, пятна или заплесневелый поверхностный слой сыра так, чтобы получить репрезентативную для сыра испытываемую пробу.

Испытываемую пробу измельчают или натирают на терке, используя подходящее устройство для измельчения или натирания (6.17). Быстро перемешайте измельченную массу и, если необходимо в случае полутвердых и твердых сыров, измельчите ее второй раз и еще раз тщательно перемешайте.

Твердые и полутвердые сыры необходимо предварительно измельчить или натереть на терке, лучше нарезать кубиками, размером примерно 15 х 15 мм. Перемешайте кубики путем встряхивания в контейнере и измельчите или натрите на терке подготовленный образец, как указано выше.

Необходимо очищать устройство после подготовки каждого образца.

Если испытываемый образец невозможно измельчить или натереть на терке, тщательно перемешайте его путем интенсивного разминания, например пестиком в ступе. Необходимо следить за тем, чтобы не терять влагу.

Необходимо хранить испытываемый образец в герметичном контейнере до начала анализа, который следует проводить как можно скорее после измельчения.

Однако если задержка неизбежна, необходимо принять все меры предосторожности, чтобы обеспечить надлежащую сохранность испытываемого образца. Если образец хранился в холодильнике, необходимо довести его до комнатной температуры. Тщательно перемешайте образец, чтобы устранить переноса влаги внутри сыра, которое происходит при охлаждении и нагревании. Необходимо убедиться в том, что влага, образовавшаяся на внутренней поверхности контейнера, тщательно и равномерно впиталась в испытываемый образец. Не следует исследовать сыр с нежелательным ростом плесени или признаками порчи.

Подготовка образца должна проводиться так, чтобы свести к минимуму потерю влаги. Потеря влаги приведет к увеличению наблюдаемой жирности.

**8.2 Казеины и казеинаты**

Тщательно перемешайте лабораторный образец, при необходимости поместив его в герметичный контейнер подходящего объема, путем многократного встряхивания и переворачивания контейнера.

Необходимо перенести 50 г лабораторного образца на контрольное сито ([6.18](#bookmark26)).

Если образец не проходит полностью через сито, используйте устройство для измельчения, чтобы выполнить данное условие. Незамедлительно перенесите весь просеянный образец в контейнер ([6.19](#bookmark27)) и тщательно перемешайте в закрытом контейнере. Необходимо соблюдать меры предосторожности, чтобы избежать изменения содержания воды в продукте.

Если 50 г образца проходит через сито полностью или почти полностью, можно использовать этот образец для определения.

После подготовки образца необходимо приступить к определению (см. [9.4](#bookmark37)) как можно скорее.

**9 Процедура**

**9.1 Отбор проба**

Осторожно перемешайте испытываемый образец. Необходимо взвесить с точностью до 1 мг от 1 г до 3 г испытываемого образца сыра и от 2 г до 3 г казеина и казеинатов в колбе для экстрагирования жировых веществ (6.6 или 6.7), 100 мл пробирке или колбе (6.20).

Для сыров с массовой долей жира более 30%, необходимо подобрать массу испытываемого образца так, чтобы масса экстрагированного жира составляла от 750 мг до 1 000 мг.

Испытываемый образец также можно взвесить на листе из целлюлозной пленки (6.16), который затем складывается и помещается в выбранный сосуд. При использовании колб Можонье необходимо вводить как можно больше испытываемого образца в нижнюю (малую) колбу колбы для экстрагирования жировых веществ.

**9.2 Холостая проба**

Проведите холостое испытание одновременно с определением, используя ту же процедуру и те же реагенты, но опуская анализируемую пробу.

Во время анализа партии испытываемых образцов количество циклов сушки для разных образцов может быть разным. Если для всей партии используется одна холостая проба, необходимо убедиться в том, что значение холостой пробы, используемое при расчете содержания жира в любом отдельном образце, было получено в тех же условиях, что и отдельный испытываемый образец.

Если значение, полученное во время холостого испытания, регулярно превышает 1,0 мг, необходимо проверить реагенты, если проверка не проводилась в недавнем времени (см. A.1). Поправки на значения более 2,5 мг во время холостого испытания должны быть указаны в протоколе испытания (см. [A.2](#bookmark57)).

**9.3 Подготовка сосуда для сбора жира**

Высушите сосуд для сбора жира (6.11) с несколькими вспомогательными средствами для кипячения (6.12) в сушильной печи (6.4) в течение не менее 1 часа.

ПРИМЕЧАНИЕ: Вспомогательные средства для кипячения используются для обеспечения мягкого кипения при последующем удалении растворителя, особенно в случае стеклянных сосудов; в случае металлической посуды их использование необязательно.

Дайте сосуду для сбора жира остыть (в защищенном от пыли месте) до температуры весовой (стеклянный сосуд - не менее 1 часа, металлическая посуда - не менее 30 минут).

Во избежание недостаточного охлаждения или чрезмерно длительного охлаждения сосуд для сбора жира не следует помещать в сушильную печь.

Используя щипцы, поместите сосуд для сбора жира на весы, чтобы избежать, в частности, перепадов температуры. Взвесьте сосуд для сбора жира с точностью до 1 мг.

**9.4 Определение**

9.4.1 В зависимости от формы экстрактора и размера испытываемой пробы добавьте от 8 мл до 10 мл в случае сыра и от 7,5 мл до 10 мл (6.14) в случае казеина и казеинатов разбавленной соляной кислоты (5.2). Добавьте соляную кислоту так, чтобы промыть испытываемую пробу, а в случае колб Можонье - в маленькую колбу сосуда для экстракции жира (6.6 или 6.7) или на дно стакана или колбы (6.20), и перемешайте.

9.4.2 Осторожно перемещая колбу или сосуд для экстракции жира (во избежание обугливания), нагревайте на кипящей водяной бане или на горячей плите (6.5) до полного растворения всех частиц.

9.4.3 Оставьте колбу или сосуд для экстракции жира на 20-30 минут на кипящей водяной бане (6.5) или поддерживайте слабое кипение на горячей плите (6.5) в течение 10 минут. Охладите под проточной водой.

9.4.4 Если сбраживание проводится в колбе для экстракции жира, добавьте 10 мл (6.14) этанола (5.3). Осторожно, но тщательно перемешайте содержимое колбы, позволяя ему переливаться назад и вперед, а в случае использования колбы Можонье - между двумя колбами, не позволяя жидкости слишком близко подходить к горлышку.

Если сбраживание проводилось не в колбе для экстракции жира (6.6 или 6.7), а в другом сосуде, перелейте содержимое сосуда в колбу для экстракции жира (6.6 или 6.7). Промойте сосуд, используя 10 мл этанола (5.3). Осторожно перемешайте, как описано выше. Затем ополосните сосуд 25 мл диэтилового эфира (5.4) и перелейте содержимое сосуда в колбу для экстракции жира, ополосните кончик или ободок диэтиловым эфиром или смешанным растворителем ([5.6](#bookmark11)). Закройте колбу для экстракции жира пробкой (6.8) и встряхните, как описано в 9.4.5. В завершение еще раз ополосните сосуд 25 мл петролейного эфира (5.5) и перелейте этот растворитель в колбу для экстракции жира, и также ополосните наконечник или ободок петролейным эфиром. Снова закройте колбу для экстракции жира и встряхните ее содержимое, как описано в 9.4.6. Затем продолжите процедуру центрифугирования, как описано в 9.4.7.

9.4.5 Добавьте 25 мл диэтилового эфира (5.4). Закройте колбу для экстракции жира пробкой ([6.8](#bookmark18)).

Энергично встряхивайте колбу в течение 1 минуты, но не слишком сильно, чтобы не образовалась стойкая эмульсия. В случае колбы Можонье во время встряхивания держите колбу в горизонтальном положении с вытянутой вверх малой колбой, периодически позволяя жидкости в большой колбе стекать в малую.

В случае необходимости охладите колбу под проточной водой.

Осторожно извлеките пробку и ополосните ее и горлышко колбы небольшим количеством смешанного раствора (5.6). Используйте промывную колбу (6.10), чтобы жидкость стекала в колбу для извлечения жира.

[9](#bookmark38).4.6 Добавьте 25 мл петролейного эфира (5.5). Закройте колбу для экстракции жира пробкой (6.8). Осторожно встряхните колбу, как описано в 9.4.5, но только в течение 30 с.

9.4.7 Центрифугируйте закрытую колбу для экстракции жира при ускорении около 80-90 г в течение 1-5 минут. Если центрифуга недоступна, оставьте закрытую колбу на штативе (6.9) на не менее 30 минут, пока надосадочный слой не станет прозрачным и не отделится от водного слоя. При необходимости охладите колбу для экстракции жира под проточной водой.

9.4.8 Осторожно извлеките пробку и ополосните ее и внутреннюю поверхность горлышка колбы для экстракции жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Используйте промывную колбу (6.10), чтобы жидкость стекала в колбу.

Если граница фаз находится ниже основания ножки колбы, поднимите ее немного выше этого уровня, осторожно добавляя воду по бокам колбы (см. Рисунок 1), чтобы облегчить декантирование растворителя.

9.4.9 При использовании колб Можонье для экстракции жира используйте следующую процедуру:

- Держа колбу для экстракции жира за маленькую колбу, осторожно сцедите как можно больше надосадочного слоя в подготовленный сосуд для сбора жира (см. 9.3), содержащий несколько вспомогательных средств для кипячения (6.12) (необязательно при использовании металлической посуды).

- Избегайте сцеживания водного слоя (см. Рисунок 2).

ПРИМЕЧАНИЕ: На Рисунках 1 и 2 выбран один из трех типов колб для экстракции жира (6.6), указанных в ISO 3889 |IDF 219, но это не свидетельствует о том, что они предпочтительнее других типов.



Условные обозначения

1 растворитель

2 граница фаз

3 водный слой

a при второй и третьей экстракции.

b при первой экстракции.

Рисунок 1 — Перед сцеживанием

****

Условные обозначения

1 растворитель

2 водный слой

a при второй и третьей экстракции.

b при первой экстракции.

Рисунок 2 — После сцеживания

9.4.10 В случае пробирок для экстракции жира с трубками для экстракции жира необходимо выполнить следующие процедуры:

- Вставьте в пробирку сифон или штуцер промывной колбы (см. Приложение B). Надавите на длинную внутреннюю часть штуцера, чтобы входное отверстие оказалось примерно на 4 мм выше границы раздела слоев. Внутренняя часть штуцера должна быть параллельна оси трубки для экстракции.

- Осторожно перенесите слой надосадочной жидкости из трубки в сосуд для сбора жира (см. 9.3), в котором находится несколько вспомогательных средств для кипячения (6.12), если речь идет о колбах (необязательно для металлической посуды). Старайтесь не переносить водный слой. Промойте выходное отверстие штуцера небольшим количеством смешанного растворителя, собирая жидкость в сосуд для сбора жира.

- Открутите штуцер от горлышка трубки. Слегка приподнимите штуцер и промойте нижнюю часть его длинной внутренней части небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Опустите и снова вставьте штуцер и перенесите жидкость в сосуд для сбора жира.

[9](#bookmark45).4.11 Промойте внешнюю сторону горлышка колбы для экстракции жира небольшим количеством смешанного растворителя (5.6). Соберите жидкость в сосуд для сбора жира; следите за тем, чтобы смешанный растворитель не попал на внешнюю поверхность колбы для экстракции. При желании можно удалить растворитель или его часть из сосуда для сбора жира путем дистилляции или выпаривания, как описано в 9.4.14.

9.4.12 Проведите вторую экстракцию, повторив операции, описанные в пунктах 9.4.5-9.4.11 включительно, используя только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5).

9.4.13 Проведите третью экстракцию, повторив операции, описанные в пунктах 9.4.5 - 9.4.11 включительно. Снова используйте только 15 мл диэтилового эфира (5.4) и 15 мл петролейного эфира (5.5). Используйте эфир для промывки, который описан в 9.4.12.

Третью экстракцию можно не проводить для продуктов с массовой долей жира менее 3%.

[9](#bookmark11).4.14 Полностью удалите растворители (включая этанол) из колбы для сбора жира путем дистилляции или выпаривания из стакана или чаши (6.3). Перед началом дистилляции необходимо ополоснуть внутреннюю поверхность горлышка колбы небольшим количеством смешанного растворителя (5.6).

[9](#bookmark14).4.15 Нагревайте сосуд для сбора жира в сушильной печи (6.4) в течение 1 часа. Извлеките сосуд для сбора жира из печи и сразу же проверьте, прозрачен ли жир. Если жир не прозрачный, предполагается, что в нем присутствуют посторонние жировые примеси, и всю процедуру следует повторить. Если жир прозрачный, необходимо уберечь сосуд для сбора жира от пыли и дать ему остыть до температуры весовой (стеклянный сосуд - не менее 1 часа, металлическая посуда - не менее 30 минут).

ПРИМЕЧАНИЕ: В зависимости от используемого сосуда для сбора жира, его можно положить на бок в сушильной печи, чтобы пары растворителя выходили легче.

Не протирайте сосуд для сбора жира непосредственно перед взвешиванием. Используя щипцы, поместите сосуд для сбора жира на весы, чтобы избежать, в частности, перепадов температуры. Взвешивайте с точностью до 1 мг.

[9](#bookmark46).4.16 Нагревайте сосуд для сбора жира в сушильной печи (6.4) в течение 30 минут. Повторно взвесьте и запишите, как описано в 9.4.15. Повторяйте процедуру нагревания и взвешивания до тех пор, пока масса сосуда для сбора жира не уменьшится на 1,0 мг или меньше, или не увеличится между двумя последовательными взвешиваниями. Запишите минимальную массу в качестве массы сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества.

**10 Расчет и выражение результатов**

Содержание жира, *w*f, выражаемое в процентах по массе, представлено в [Формуле (1)](#bookmark49):

 (1)

где

m0 – масса испытываемого образца, в граммах (см. [9.1](#bookmark34));

m1 – масса сосуда для сбора жира и экстрагированного вещества, в граммах, определенная в соответствие с [9.4.15](#bookmark46);

*m*2 – масса подготовленного сосуда для сбора жира, в граммах (см. [9.3](#bookmark36));

*m*3 - масса сосуда для сбора жира, используемого в холостом испытании (см. [9.2](#bookmark35)) и любого экстрагированного вещества в граммах, определенная в соответствие с [9.4.15](#bookmark46);

*m*4 - масса подготовленного сосуда для сбора жира, в граммах (см. [9.3](#bookmark36)), используемого в холостом испытании (см. [9.2](#bookmark35)).

Результаты сообщают с точностью до 0,01 % (массовая доля).

**11 Точность**

**11.1 Межлабораторное испытание**

Подробная информация о межлабораторном испытании точности метода указана в Приложении C (сыры) и Приложении D (казеины и казеинаты). Значения, полученные с помощью данного испытания, могут не применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от указанных.

Лаборатории, использующие данный метод, должны учитывать, что у некоторых видов сыра на практике могут встречаться более высокие значения r и R.

В случае казеинов и казеинатов значения повторяемости и воспроизводимости выражены на уровне вероятности 95% и получены по результатам межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с ISO 5725-2[[2](#bookmark70)].

**11.2 Повторяемость**

Абсолютная разница между двумя отдельными единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном испытываемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, в не более чем 5% случаев будет превышать 0,30 % в случае сыров.

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном испытываемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не более чем в 5% случаев будет превышать 0,10 % в случае казеинов и казеинатов.

**11.3 Воспроизводимость**

Абсолютная разница между двумя результатами одного испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытываемом материале в разных лабораториях с разными операторами, использующими разное оборудование, не более чем в 5% случаев будет превышать 0,40 % в случае сыров.

Абсолютная разница между двумя результатами одного испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытываемом материале в разных лабораториях с разными операторами, использующими разное оборудование, не более чем в 5% случаев будет превышать 0,20 % в случае казеинов и казеинатов.

**11.4 Протокол испытания**

В протоколе испытаний необходимо указать:

a) всю информация, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий документ, т.е. ISO 23319 | IDF 250;

d) все детали эксплуатации, не указанные в настоящем документе или рассматриваемые как необязательные, а также сведения о любых происшествиях, которые могли повлиять на результаты испытания;

e) полученные результаты испытания или, если была проверена повторяемость, полученный окончательный результат;

f) дату проведения испытания;

g) значение холостой пробы [(*m*3 - *m*4), см. 9.2] должно быть указано, если оно превышает 2.5 мг.

Приложение A

(справочное)

Дополнительные процедуры

**A.1 Холостые пробы для проверки реагентов**

Для проверки качества реагентов необходимо провести холостое испытание, как указано в 9.2.

В ходе холостого испытания должен использоваться сосуд для сбора жира (6.11), предназначенный для контроля массы, чтобы изменения атмосферных условий в весовой или воздействие температуры на сосуд для сбора жира не приводили к ложным результатам о наличии или отсутствии нелетучих веществ в экстракте реагентов. Контрольный сосуд может использоваться в качестве сосуда-противовеса в случае двухчашечных весов. В противном случае отклонения кажущейся массы [(*m*3 - *m*3) по Пункту 10] контрольного сосуда должны учитываться при проверке массы сосуда для сбора жира, используемого для холостого испытания. Таким образом, изменение кажущейся массы сосуда для холостых испытаний, скорректированное на кажущееся изменение массы сосуда для сбора жира в целях контроля, не должно демонстрировать увеличение массы более чем на 1,0 мг.

Реагенты не должны оставлять остатков более 1,0 мг. Если остаток в полном холостом испытании реагентов превышает 1,0 мг, то необходимо определить остаток растворителей отдельно путем дистилляции 100 мл диэтилового эфира и петролейного эфира, соответственно. Необходимо заменить неудовлетворительные реагенты или растворители, или вторично перегнать растворители.

В редких случаях растворители могут содержать летучие вещества, которые прочно удерживаются в жире. Если имеются признаки присутствия таких веществ, проведите холостые испытания всех реагентов и каждого растворителя, используя сосуд для сбора жира с примерно 1 г безводного молочного жира. При необходимости повторного перегоните растворители в присутствии 1 г безводного молочного жира на 100 мл растворителя. Используйте растворители только вскоре после вторичной перегонки.

[**A**](#bookmark35)**.2 Контрольное испытание, проводимое одновременно с определением (см.** [**9.2**](#bookmark35)**)**

Значение, полученное при проведении холостого испытания одновременно с определением, позволяет скорректировать кажущуюся массу веществ, извлеченных из испытываемой пробы (m1 - m2), на присутствие любых нелетучих веществ, полученных из реагентов. Однако необходимо также внести поправки на изменение атмосферных условий в весовой и на некоторую разницу температур между сосудом для сбора жира (6.11) и весовой при двух взвешиваниях ([9.4.16](#bookmark47) и [9.3](#bookmark36)).

При благоприятных условиях (низкое значение во время холостого испытания реагентов, стабильная температура в весовой, достаточное время охлаждения сосуда с жиром) это значение обычно не превышает 1.0 мг и может не учитываться при расчете в случае стандартных определений. Часто встречаются и немного большие значения (положительные и отрицательные) - до 2,5 мг. После внесения поправок на эти значения результаты все равно будут точными. Если применяются поправки на значение более 2,5 мг, это необходимо указать в протоколе испытания (см. [11.4](#bookmark54)).

Если значение, полученное в ходе холостого испытания, регулярно превышает 1,0 мг, необходимо проверить реагенты, если проверка не проводилась в последнее время. Любой загрязненный реагент следует заменить или очистить (см. [A.1](#bookmark56)).

**A.3 Испытание на наличие пероксидов**

Для проведения испытания на наличие пероксидов добавьте 1 мл свежеприготовленного 100 г/л раствора йодида калия к 10 мл диэтилового эфира (5.4) в небольшом цилиндре со стеклянной пробкой, предварительно промытой эфиром. Встряхните цилиндр и оставьте его на 1 минуту. Ни в одном из слоев не должно наблюдаться желтого цвета.

Можно использовать и другие подходящие методы испытания на наличие пероксидов.

Чтобы быть уверенным в том, что диэтиловый эфир не содержит пероксидов, и поддерживать его в таком состоянии, обрабатывайте эфир, по крайней мере, за три дня до его использования следующим образом.

Нарежьте цинковую фольгу на полоски, которые должны доходить как минимум до половины бутылки с диэтиловым эфиром, используя примерно 80 см2 фольги на литр диэтилового эфира.

Перед использованием полностью погрузите полоски фольги на 1 минуту в раствор, содержащий 10 г пентагидрата сульфата меди(II) (CuSO4-5H2O) и 2 мл концентрированной [98% (массовая доля)] серной кислоты на литр.

Осторожно, но тщательно промойте полоски водой, поместите влажные покрытые медью полоски в бутылку с диэтиловым эфиром и оставьте их в бутылке.

Можно использовать и другие методы, если они не влияют на результат определения.

**A.4 Диэтиловый эфир, содержащий антиоксиданты**

Диэтиловый эфир, содержащий до 7 мг/кг антиоксидантов на килограмм, может использоваться для такого метода определения жира, если проводится контрольное испытание, как описано в 9.2.

**A.5 Этанол**

Допускается использование этанола, денатурированного не при помощи добавления метанола, при условии, что денатурат не повлияет на результат определения.

Приложение B

(справочное)

Модель трубки для извлечения жира с сифоном или штуцером промывной колбы

Размеры указаны в миллиметрах

****

a Вместимость до этого уровня при снятых штуцерах, 105 мл ± 5 мл.

b Толщина стенки 1,5 мм ± 0,5 мм.

c Внешний диаметр.

d Внутренний диаметр.

Рисунок B.1 — Примеры экстрагирования жировых веществ

Приложение C

(справочное)

Межлабораторные испытания сыров

Было проведено международное совместное испытание на 2 разных образцах 4 типов сыра с участием 12 лабораторий из 6 стран. Полученные 8 образцов для испытаний поделили еще раз на 16 слепых повторных выборок. Испытание было организовано COKZ (NL). Все значения выражены в виде массовой доли.

Результаты испытаний прошли статистический анализ в соответствие с   
ISO 5725-1[[2](#bookmark69)] и ISO 5725-2[[3](#bookmark70)], что позволило получить данные по точности, представленные в [Таблице C.1](#bookmark64).

Таблица C.1 — Резуультаты межлабораторного испытания

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Сыр 1a  А B | | Сыр 2b  А B | | Сыр 3c  А В | | Сыр 4d  А B | |
| Лаборатории, оставшиеся после исключения случайных ошибок | 12 | 12 | 12 | 11 | 11 | 11 | 12 | 11 |
| Среднее значение, % | 27,12 | 26,99 | 29,98 | 30,69 | 14,54 | 9,64 | 33,01 | 31,50 |
| Стандартное отклонение повторяемости, *s*r, % | 0,117 | 0,062 | 0,116 | 0,070 | 0,044 | 0,039 | 0,102 | 0,125 |
| Коэффициент изменения повторяемости, CVr % | 0,43 | 0,23 | 0,39 | 0,23 | 0,30 | 0,40 | 0,31 | 0,40 |
| Предел повторяемости, r (= 2,8 x sr), % | 0,332 | 0,174 | 0,328 | 0,197 | 0,124 | 0,110 | 0,290 | 0,354 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, sR, % | 0,169 | 0,096 | 0,124 | 0,106 | 0,081 | 0,065 | 0,166 | 0,210 |
| Коэффициент изменения воспроизводимости, CVR, % | 0,62 | 0,36 | 0,41 | 0,35 | 0,56 | 0,67 | 0,50 | 0,67 |
| Предел воспроизводимости, R (= 2,8 x sR), % | 0,479 | 0,273 | 0,352 | 0,299 | 0,228 | 0,187 | 0,470 | 0,593 |
| a Эмментальский сыр.  b Сыр Гауда.  c Плавленый сыр.  d Сыр бри. | | | | | | | | |

Приложение D

(справочное)

Межлабораторные испытания казеинов и казеинатов

Было проведено международное совместное испытание с участием четырех лабораторий на трех казеинах, трех казеинатах и трех параказеинах. Результаты испытаний прошли статистический анализ, который позволил получить данные по точности, представленные в [Таблице D.1](#bookmark66).

Таблица D.1 — Результаты межлабораторного испытания

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Параметр | Номер пробы казеина | | | Номер пробы казеината | | | Номер пробы параказеина | | |
|  | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| Лаборатории, оставшиеся после исключения случайных ошибок | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Среднее значение, % | 1,25 | 0,95 | 1,34 | 1,09 | 1,05 | 0,98 | 0,57 | 0,35 | 0,49 |
| Предел повторяемости, r (= 2,8 x sr), % | 0,110 | 0,176 | 0,092 | 0,103 | 0,113 | 0,079 | 0,051 | 0,085 | 0,108 |
| Предел воспроизводимости, R (= 2,8 x *s*R), % | 0,115 | 0,176 | 0,200 | 0,344 | 0,152 | 0,223 | 0,125 | 0,142 | 0,198 |

**Библиография**

[1] ISO 707 | IDF 50, Milk and milk products — Guidance on sampling *(*Молоко и молочные продукты - Руководство по отбору проб).

[2] ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения).

[3] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2: Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений).

[4] ISO 8262-3 | IDF 124-3, Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 3: Special cases © ISO and IDF 2022 – All rights reserve (Продукты молочные и пищевые продукты на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла- Бернтропа (Контрольный метод). Часть 3. Специальные случаи).

|  |  |
| --- | --- |
| МКС  67.100.30 | IDT |
| **Ключевые слова:** сыр**,** плавленый сыр, казеины, казеинаты, содержание жира. Гравиметрический метод. | |

РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Руководитель**

**Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД А. Сопбеков**

**Заместитель Руководителя**

**Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД Е. Ялынская**

**Ведущий специалист**

**Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД Н. Жакиш**