

ГОСТ 29247—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖИРА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

Методы определения жира

ГОСТ
29247—91

Canned milk.

Methods for determination of fat

МКС 67.100.10

ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные и сухие молочные и молокосодержащие консервы и устанавливает кислотные методы определения массовой доли жира.

Кислотный метод основан на выделении жира из молочных консервов под действием концентрированной серной кислоты и изоамилового спирта с последующим центрифугированием и измерении объема выделившегося жира в градуированной части жиросмера.

(Поправка).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молочных консервов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Жиросмеры (бутирометры) стеклянные: для сгущенных консервов — 1—5, 1—6, 1—7; для сухих консервов — 1—40 по ГОСТ 23094 или ТУ 25—2024.019.

Пробки резиновые для жиросмеров по ТУ 38—105—1058.

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Ареометр АОН-1 700—1840 или АОН-2 1000—2000 и цилиндр — 3 39/265 по ГОСТ 18481.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления 0,5 или 1,0 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга для измерения массовой доли жира молока и молочных продуктов по нормативно-технической документации с частотой вращения не менее 1100 с⁻¹.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (65 ± 2) °С.

Стаканы В-1—25, В-1—50, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Приборы для отмеривания изоамилового спирта и серной кислоты вместимостью, соответственно, 1 и 10 см³ по ГОСТ 6859.

Цилиндр 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Колба 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—10, 77 по НТД.

Воронка В-36—50, В-26—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Штатив для жиросмеров.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Спирт изоамиловый, сорт А по ГОСТ 5830.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

* С 1 июля 2002 г. Действует ГОСТ 24104—2001.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В СГУЩЕННЫХ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВАХ

3.1. Метод определения в отдельных навесках

3.1.1. Проведение анализа

3.1.1.1. Взвешивают в два стакана вместимостью 25 или 50 см³ с отсчетом показаний до 0,005 г по 4,40 г сгущенного молока с сахаром, кофе, какао со сгущенным молоком с сахаром, сгущенного стерилизованного молока или по 2,20 г сгущенных сливок с сахаром, кофе, какао со сгущенными сливками с сахаром. Затем приливают по 4—5 см³ серной кислоты плотностью 1500—1550 кг/м³. Содержимое перемешивают стеклянными палочками до получения однородной массы, переливают без потерь через маленькую воронку в два жиромера, помещенные в штатив, смывая стаканчик, воронку и палочку кислотой той же концентрации. Общий объем израсходованной кислоты должен составлять 16,5—17,5 см³ и уровень жидкости в жиромере должен быть на 4—6 мм ниже основания горлышка жиромера, что регулируют добавлением кислоты. Добавляют по 1 см³ изоамилового спирта.

3.1.1.2. Жиромеры закрывают сухими пробками, вводя их немного более чем наполовину в горловину жиромеров. Смешивают содержимое жиромеров, энергично встряхивая и переворачивая 2—3 раза до полного растворения белковых веществ.

3.1.1.3. Устанавливают жиромеры пробкой вниз в водяную баню при температуре $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$ на 7—10 мин для сгущенного молока и сгущенных сливок и на 30 мин для сгущенных консервов с кофе и какао.

В течение этого времени жиромеры несколько раз вынимают из бани и энергично встряхивают.

3.1.1.4. Жиромеры вставляют в патроны центрифуги, направляя градуированную часть к центру и центрифугируют в течение 5 мин, считая время с момента достижения скорости вращения. При нечетном числе жиромеров с анализируемым продуктом в центрифугу для равновесия помещают жиромер, заполненный 10 см³ воды и 10 см³ серной кислоты.

Жиромеры вынимают из центрифуги, регулируют при помощи резиновой пробки столбик жира так, чтобы он находился в градуированной части и нижняя граница совпадала с каким-либо значением, и погружают жиромеры градуированной частью вверх в водяную баню $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$ на 5 мин. Через 5 мин жиромеры вынимают из водяной бани и быстро проводят отсчет жира. При отсчете жиромер держат вертикально, причем граница жира должна быть на уровне глаз. Движением пробки вверх или вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на каком-либо делении шкалы и от него отсчитывают длину столбика жира до нижней точки мениска верхней границы. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным. Показание жиромера выражают в процентах с отсчетом до наименьшего деления шкалы жиромера.

Жиромеры вновь помещают на 5 мин в водяную баню, центрифугируют в течение 5 мин, выдерживают в водяной бане в течение 5 мин и определяют величину столбика жира с отсчетом показаний до наименьшего деления. Если величина столбика жира отличается от предыдущего измерения более чем на половину наименьшего деления (0,05 %), то центрифугирование повторяют в третий раз. Если после третьего центрифугирования величина столбика жира вновь увеличилась более чем на 0,05 %, то проводят четвертое центрифугирование, каждый раз термостатируя жиромер в водяной бане до и после центрифугирования по 5 мин.

Примечание. При анализе продуктов, гомогенизированных в процессе производства первое центрифугирование целесообразно проводить в течение 10 мин. Для этого необходима центрифуга с обогревом отрегулированная на $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$. После первого отчета жира жиромер энергично встряхивают, затем помещают на 5 мин в водяную баню и центрифугируют.

3.1.2. Обработка результатов

Массовую долю жира в процентах находят умножением показания жиромера на 2,5 при навеске 4,4 г, умножением на 5 — при навеске 2,2 кг.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,15$ % массовой доли жира при использовании жиромеров 1—6, 1—7 и $\pm 0,1$ % массовой доли жира при использовании

жиромера 1—5 при доверительной вероятности $P = 0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

3.2. Метод определения после разведения

Метод применяется по согласованию с потребителем.

3.2.1. Подготовка к анализу

100 г сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком, сгущенного стерилизованного молока или 50 г сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками с сахаром взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г и переносят в химический стакан вместимостью 250 см³. Навеску растворяют в горячей воде температурой 60—70 °С, для свежесваренных консервов применяют воду комнатной температуры. Содержимое перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной массы, переливают без потерь через воронку в мерную колбу, смывая стаканчик, воронку и палочку водой. Раствор в колбе охлаждают до температуры (20 ± 1) °С и доливают ее водой температурой (20 ± 1) °С до метки. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

3.2.2. Проведение анализа

3.2.2.1. В два жиромера наливают по 10 см³ серной кислоты плотностью 1780—1800 кг/м³. Затем осторожно, чтобы жидкости не смешивались, добавляют пипеткой по 10,77 см³ молочных консервов, разведенных, как указано в п. 3.2.1, приложив кончик пипетки к стенке горлышка жиромера под углом. Уровень продукта в пипетке устанавливают по нижней точке мениска. Молоко из пипетки должно вытекать медленно и после опорожнения пипетку отнимают от горлышка жиромера не ранее чем через 3 с. Выдувание молока из пипетки не допускается.

П р и м е ч а н и е. Разведенное какао со сгущенным молоком или сливками с сахаром оставляют в мерной колбе в покое на 2 мин перед тем, как отмерить 10,77 см³ для перенесения в жиромер.

3.2.2.2. В жиромеры добавляют по 1 см³ изоамилового спирта.

Жиромеры закрывают пробкой и содержимое их энергично встряхивают в течение 10—20 с до полного растворения белковых веществ, переворачивая 2—3 раза в процессе встряхивания для полного смешения жидкостей. При определении жира в цветных продуктах (с кофе или какао) проводят более продолжительное встряхивание (20—30 с).

3.2.2.3. Устанавливают жиромеры пробкой вниз в водяную баню при температуре (65 ± 2) °С на 5 мин. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.1.4.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю жира в процентах по массе в сгущенном молоке с сахаром, кофе, какао со сгущенным молоком и сахаром и сгущенном стерилизованном молоке находят умножением показания жиромера на коэффициент 2,57, в сгущенных сливках, кофе, какао со сгущенными сливками и сахаром — умножением на коэффициент 5,14.

Предел допускаемой погрешности результатов измерений составляет $\pm 1,6$ % массовой доли жира при доверительной вероятности $P = 0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жиромера.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В СУХИХ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВАХ

4.1. Проведение анализа

В два стакана вместимостью 25 или 50 см³ взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г по 5 г сухих консервов с массовой долей жира до 40 % или по 2,5 г сухих консервов с массовой долей жира более 40 %. Прибором для дозирования приливают по 10 см³ серной кислоты плотностью 1550 кг/м³, тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения продукта.

Пробы из стаканов через воронку переносят в два жиромера, помещенные в штатив. Затем небольшим объемом (5—6 см³) серной кислоты той же плотности из прибора для дозирования ополаскивают стакан и палочку и через воронку выливают в жиромеры, смывая остатки продукта со стенок воронки.

Добавляют по 1 см³ изоамилового спирта.

Далее анализ проводят, как указано в пп. 3.1.1.2—3.1.1.4.

4.2. Обработка результатов

Массовую долю жира в продуктах с массовой долей жира до 40 % определяют в процентах по шкале жироскопа.

Массовую долю жира в продуктах с массовой долей жира более 40 % определяют умножением показания жироскопа на коэффициент 2.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,5$ % массовой доли жира для сухих молочных консервов с массовой долей жира до 40 % и $\pm 1,0$ % массовой доли жира для сухих молочных консервов с массовой долей жира более 40 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ и условии, что результаты двух параллельных определений находятся в пределах одного наименьшего деления шкалы жироскопа.

За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений, находящихся в пределах одного наименьшего деления шкалы жироскопа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК по стандартизации 186 «Молоко и молочные продукты»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2331
3. ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73, в части разд. 8
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 5830—79	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 6859—72	2
ГОСТ 18481—81	2
ГОСТ 23094—78	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 26809—86	1
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 25—2024.019—88	2
ТУ 38—105—1058—88	2

5. ИЗДАНИЕ. (Июль 2009 г.) с Поправкой (ИУС 7—2009).

Поправка к ГОСТ 29247—91 Консервы молочные. Методы определения жира

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Вводная часть (первый абзац) и по всему тексту стандарта	сгущенные и сухие молочные консервы	сгущенные и сухие молочные и молоко-содержащие консервы

(ИУС № 7 2009 г.)