

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)**

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
(ВНИМИ)**



РЕКОМЕНДАЦИЯ

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

**Массовая доля лактозы в молоке и молочных продуктах.
Методика выполнения измерений
с применением инфракрасных анализаторов MilkoScan**

МИ 2541 - 99

**Москва
1999**

**Методика
выполнения измерений массовой доли лактозы
в молоке и молочных продуктах**

Настоящая методика предназначена для измерения массовой доли лактозы в молоке и сливках (сырых, пастеризованных, стерилизованных, топленых, восстановленных, регенерированных), простокваше, ряженке, сметане, йогурте, без твердых включений, кроме указанных продуктов с сахаром, фруктовыми и другими пищевыми наполнителями с применением инфракрасных анализаторов MilkoScan.

При наличии инфракрасных анализаторов MilkoScan на предприятии методика включается в Раздел "Методы контроля" соответствующих технических условий.

При разработке и пересмотре государственных стандартов настоящая методика включается в соответствующий раздел государственного стандарта.

1. Диапазоны и погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазонах и с пределами абсолютной погрешности, приведенными в Таблице 1

Таблица 1

№ п/п	Наименование продукта	Диапазон измерения массовой доли лактозы %	Пределы абсолютной погрешности измерений массовой доли лактозы,
			±, %
1.	молоко сырое	4,0 - 5,0	0,20
2.	молоко пастеризованное, стерилизованное и топленое	4,0 - 6,0	0,20
3.	сливки	4,0 - 5,0	0,20
4.	простокваша, ряженка, йогурт	2,5 - 5,5	0,20
5.	сметана	2,5 - 3,5	0,20

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

2.1 Инфракрасные анализаторы MilkoScan моделей. Характеристики анализаторов приведены в Таблице 2

Модель	Пределы измерений массовой доли лактозы, %	Относительное среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений, %	Производительность, проб молока в час
255 A/B**, 605 B**, 605 A/B**	2 - 10	1,0	250 360 360
S 52 B, S 53 B	2 - 20	1,0	-
S 54 B	2 - 20	1,0	50
132A, 133A, 133B, 134A/B	2 - 20	1,0	125 125 125
302**, 303**, 304**	2 - 10	1,0	200 300 360
FT 120	0 - 50	1,0	120

* По документации фирмы-изготовителя КР (Коэффициент разброса) равен СО (стандартное отклонение), деленному на средний результат измеряемых проб и умноженному на 100.

** Модели 255 A/B, 605 B, 605 A/B, 302, 303 и 304 используются для анализа только молока.

2.2 Гомогенизатор роторный с 4-х лопастным ножом, частотой вращения ножей (2000-5000) мин⁻¹ и вместимостью стакана (200-1000) см³ или аналогичное устройство

2.3 Ложка или шпатель

2.4 Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры $(65 \pm 2)^{\circ} \text{C}$

2.5 Стаканы В - 1 - 100 ТС ГОСТ 25336

2.6 Вода дистиллированная ГОСТ 6709

2.7 Моющие средства

Примечание. Допускается использование анализаторов MilkoScan моделей, имеющих пределы измерений и относительное среднее квадратичное отклонение не хуже указанных. Допускается применение технических средств по п.п 2.2, 2.4 и 2.5, имеющих технические характеристики не хуже указанных.

3. Метод измерений

Метод заключается в измерении интенсивности оптического излучения, прошедшего через кювету с исследуемым образцом молока или молочного продукта в инфракрасной области спектра с полосой поглощения 9,5 мкм.

Инфракрасные анализаторы молока и молочных продуктов MilkoScan представляет собой приборы с полностью автоматизированным процессом измерения и обработки результатов и измеряют массовую долю лактозы и других компонентов.

4. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующее:

- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- требования, изложенные в технической документации на инфракрасный анализатор MilkoScan.

5. Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений может проводить специалист, прошедший инструктаж, изучивший Инструкцию по эксплуатации инфракрасного анализатора MilkoScan, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (10 - 35)° С;
- атмосферное давление (630-800) мм рт.ст.;
- относительная влажность воздуха <80 % (периодически допускается до 93%);
- напряжение в сети (195 - 260) В

7. Требования к анализируемым продуктам

Анализируемые продукты должны соответствовать требованиям, изложенным в Таблице 3. При несоответствии продуктов указанным требованиям, погрешность измерений может превышать значения, приведенные в Таблице 1.

Таблица 3

Наименование продукта	Титруемая кислотность °Т	Массовая доля белка %	Массовая доля жира %	Массовая доля сухих обезжиренных веществ %
молоко	16 - 22	2,8 - 5,0	1,0 - 6,0	7,8 - 12,0
сливки	16 - 22	2,5 - 3,5	10,0 - 35,0	7,5 - 12,0
простокваша, ряженка, йогурт	60 - 140	2,8 - 5,0	1,0 - 10,0	6,3 - 12,0
сметана	60 - 90	2,8 - 4,5	10,0 - 30,0	6,0 - 7,5

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Отбор проб молока и молочных продуктов осуществляется в соответствии с ГОСТ 13928-84 "Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу" и ГОСТ 26809-86 "Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу".

8.2 Подготовка проб к измерениям.

8.2.1 Испытуемые образцы молока перед проведением измерений должны быть тщательно перемешаны шпателем или ложкой, пробы молока в потребительской таре перемешаны многократным переворачиванием упаковки.

8.2.2 Сливки перед испытанием тщательно перемешивают ложкой или шпателем, сливки в потребительской таре перемешивают многократным переворачиванием упаковки и затем ложкой или шпателем. После чего сливки нагревают на водяной бане при постоянном перемешивании до $(40 \pm 5)^{\circ} \text{C}$.

8.2.3 Образцы йогурта и сметаны нагревают в потребительской таре на водяной бане до температуры $(40 \pm 5)^{\circ} \text{C}$, затем из потребительской тары полностью переносят в стакан гомогенизатора и гомогенизируют при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин^{-1} в течение 1 - 3 минут до получения однородной массы. Измерения проводят сразу после гомогенизации.

8.3 Подготовку приборов к измерениям осуществляют в соответствии с Инструкцией по эксплуатации конкретного типа анализаторов MilkoScan.

9 Выполнение измерений

9.1 Измерения проводят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации инфракрасных анализаторов MilkoScan. Проводят не менее 3-х измерений, результат первого измерения не учитывают кроме модели FT 120, в которой задается число измерений и вычисляется соответствующее среднее значение.

9.2 Градуировку инфракрасных анализаторов проводят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации приборов. Характеристики образцов для градуировки устанавливают с использованием методики выполнения измерений, указанной в приложении настоящей методики.

9.3 Проверку правильности градуировки анализаторов проводят на образцах молока ежедневно перед проведением измерений. Если при этом разница между показаниями анализатора и характеристикой образца для градуировки превышает удвоенное значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений, указанное в таблице 2, то проводят новую градуировку (п.9.2).

9.4. Образцы молока и сливок для градуировки консервируют в соответствии с Инструкцией по эксплуатации анализаторов и хранят образцы молока - не более 10 дней, сливок - не более 5 дней, сметаны и жидких кисломолочных продуктов - не более 2 дней.

10. Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение из 2-х наблюдений, расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %.

При превышении значений допустимых расхождений измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины и устраняют их, при необходимости проводят новую градуировку.

Результат анализа представляют в виде: (X, %)

Результаты измерений заносят в журнал в соответствии с "Инструкцией по техническому контролю на предприятиях молочной промышленности".

**Приложение
(обязательное)**

Методика определения массовой доли лактозы

1. Методика предназначена для градуировки анализаторов MilkoScan при измерении массовой доли лактозы в молоке и молочных продуктах в соответствии с Таблицей 1 методики.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

- 2.1 Сахариметр универсальный типа СУ-3 или СУ-4 с кюветами длиной 400 мм
- 2.2 Весы лабораторные 4 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 160 г по ГОСТ 24104
- 2.3 Стаканы типа В и Н исполнения 1 и 2, вместимостью 100 см³, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336
- 2.4 Колбы типа Кн исполнения 1 и 2, вместимостью 250 см³, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336
- 2.5 Пипетки исполнения 1 и 2; 1 и 2 классов точности, вместимостью 5 и 25 см³ по ГОСТ 29169
- 2.6 Воронки типа В диаметром 36, 75, 100 мм; из стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336
- 2.7 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026
- 2.8 Калий железистосинеродистый (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х.ч. или ч.д.а., раствор массовой концентрации 150 г/дм³
- 2.9 Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч.д.а., раствор массовой концентрации 300 г/дм³
- 2.10 Калий иодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а.
- 2.11 Калий бромноватокислый (КВгО₃) по ГОСТ 4457, ч.д.а.; 0,2 н раствор
- 2.12 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а.; 4 н раствор
- 2.13 Натрий серноватокислый (тиосульфат натрия) 0,1 н раствор (стандарт титр) по ид
- 2.14 Крахмал растворимый по ГОСТ 7699, 1% раствор
- 2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

3 Проведение измерений

3.1 В стакан вместимостью 100 см³ взвешивают 33,00 г продукта с точностью до 0,01 г (нормальная навеска при определении лактоза). Пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивая стакан несколько раз дистиллированной водой, доводя ее количество до половины объема колбы. Для осаждения белков и жира в колбу приливают по 5 см³ растворов уксуснокислого цинка и железистосинеродистого калия. Для продуктов с массовыми долями жира свыше 10 % объема добавляемых растворов следует увеличить в 1,5 - 2 раза с соответствующим уменьшением объема воды.

Содержимое колбы после добавления каждого реактива осторожно перемешивают, не встряхивая во избежание образования пузырьков воздуха. Затем прибавляют в колбу пипеткой 25 см³ 0,2 н раствора бромноватокислого

калия и осторожно перемешивают. Содержимое колбы доводят до метки водой и тщательно перемешивают, сильно встряхивая. Через 5 - 10 минут фильтруют через складчатый фильтр в сухую коническую колбу вместимостью 250 см³.

Полученный фильтрат поляризуют в поляриметрической трубке длиной 400 мм. Отсчет проводят 3 раза, результат первого измерения не учитывают; для вычислений берут среднее арифметическое значение результатов наблюдений.

3.2 Массовую долю лактозы в продукте вычисляют по формуле:

$$L(\%) = \frac{P}{2} \times K,$$

где L - массовая доля лактозы в продукте, %;

P - показания сахариметра, ° сахарной шкалы;

K - поправка на объем осадка, определяемая по п. 3.4

3.3 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,2 %.

3.4 Для определения поправки на объем осадка 25 см³ фильтрата по п. 2.1 пипеткой наливают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Добавляют (0.60±0,01) г йодистого калия и 6 см³ 4 н раствора соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и титруют 0,1 раствором тиосульфата натрия до перехода окрашивания титруемого раствора из бурого в желтоватый, после чего в колбу добавляют 1 см³ 1% раствора крахмала и титруют дальше до исчезновения синего окрашивания.

Поправку на объем образовавшегося остатка в мерной колбе при осветлении раствора рассчитывают по формуле

$$K = \frac{12,5}{V}$$

где V - количество 0,1 н раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование;

12,5 - величина при концентрации KBrO₃ точно 0,2 н.

