

УТВЕРЖДАЮ:

**Директор Государственного учреждения
Всероссийский научно-исследовательского
института молочной промышленности**

_____ **В. Д. Харитонов**

« _____ » _____ **2000 г.**

МЕТОДИКА

**выполнения измерений показателей состава и плотности молока и
других молочных продуктов ультразвуковым методом**

№ ВНИМИ - 01-2000

**Аттестация проведена в ГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Свидетельство об аттестации
№ 2420/230-00 от 21 августа 2000 г.**

Москва

2000

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой доли жира, массовой доли белка, массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) в молоке, сливках и мороженом, а также плотности молока ультразвуковым методом.

Методика распространяется на заготавливаемое сырое, цельное, нормализованное молоко, молоко, прошедшее тепловую обработку, нормализованное, восстановленное, сухое, консервированное, обезжиренное и концентрированное молоко.

Методика не распространяется на кисломолочные продукты.

1 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

1.1 Диапазоны измерений и границы относительной погрешности результатов измерений при доверительной вероятности 0,95 и числе параллельных определений $n = 2$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Показатели	Контролируемый объект	Обозначение	Диапазоны измерений	Границы абсолютной погрешности (δ) при доверительной вероятности $P=0,95$ и $n=2$
Массовая доля жира	Молоко	J_M	0,5 - 6 %	0,15 %
	Сухое молоко	$J_{с.м}$	0,5 - 30 %	0,5 %
	Сливки	J_c	10 - 30 %	0,5 %
	Мороженое и концентрированное молоко	$J_{мор}$	10 - 20 %	0,3 %
		$J_{к.м}$	10 - 20 %	0,3 %
Массовая доля белка	Молоко	B_M	1,5 - 3,5 %	0,25 %
	Мороженое и концентрированное молоко	$B_{мор}$	3 - 14 %	0,30 %
		$B_{к.м}$	3 - 14 %	0,30 %
Массовая доля СОМО	Молоко	C_M	6 - 12 %	0,4 %
	Сухое молоко	$C_{с.м}$	60 - 70 %	0,5 %
	Мороженое и концентрированное молоко	$C_{мор}$	12 - 48 %	0,6 %
		$C_{к.м}$	12 - 48 %	0,6 %

	ное молоко			
Плотность	Молоко	ρ_m	1000-1040 кг/м ³	0,5 кг/м ³

2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 Измерения (анализы) проводят с помощью анализатора «Лактан 1-4» или «Клевер-1М», в основу работы которого положен метод измерения скорости ультразвука в молоке при двух различных температурах (40 - 43°C и 60 - 63°C) и степень затухания ультразвуковых колебаний при прохождении их через продукт.

2.2. Перед проведением анализа сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока пробы этих молочных продуктов должны быть подготовлены к измерениям в соответствии с данной МВИ.

2.3 Каждое измерение (анализ) включает отбор двух проб продукта, их подготовку и снятие показаний анализатора (параллельные определения).

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1 При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:

- температура анализируемого продукта (25 ± 5) °C;
- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
- относительная влажность воздуха до 80 % при температуре 30 °C;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

4.1 При работе с анализаторами качества молока «ЛАКТАН 1-4» или «КЛЕВЕР 1М» должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководствах по эксплуатации на эти приборы, а также правила по технике безопасности при работе в лаборатории.

4.2 К проведению измерений допускаются лаборанты (операторы) высшей и средней квалификации, прошедшие инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть ознакомлены с руководством по эксплуатации ультразвуковых анализаторов и должны освоить данную методику.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- Ультразвуковой анализатор молока «Лактан 1-4» (для измерения массовой доли жира, белка, СОМО, а также для измерения плотности) или «Клевер - 1М» (для измерения массовой доли жира, СОМО, а также для измерения плотности).
- Баня водяная термостатируемая с обогревом, позволяющая поддерживать температуру $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и $(45 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (для проб молока и сухого молока).
- Термометр жидкостный с диапазоном измерения, включающим значения 25 и 45 $^\circ\text{C}$, и ценой деления шкалы 1 $^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498 (для проб молока).
- Колба КН-3-1000-50 ТС по ГОСТ 25336 (для проб молока).
- Весы лабораторные 3-го класса точности с НВП 160 г и ценой поверочного деления шкалы 0,005 г по ГОСТ 24104 (для проб сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).
- Стакан В-1-50 ТС и В-1-250 ТС по ГОСТ 25336 (для анализа сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).
- Колба 1-100-2 ГОСТ 1770 (для анализа сухого молока).
- Воронка В-25-38 ХС ГОСТ 25336 (для анализа сухого молока).
- Палочка стеклянная длиной 100-120 мм и диаметром 1-3 мм для анализа сухого молока, сливок, мороженого и концентрированного молока).
- Термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерения от 0 до 100 $^\circ\text{C}$ с ценой деления шкалы 1 $^\circ\text{C}$ по ГОСТ 27544 (для анализа сухого молока).
- Плитка электрическая по ГОСТ 14919 (для анализа сухого молока).
- Гомогенизатор лабораторный клапанный с давлением гомогенизации не менее 5 МПа (для анализа сухого молока).
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- Жидкое средство для мытья посуды бытовое.

5.2 Допускается применение другой аппаратуры и других материалов, технические и метрологические характеристики которых не хуже указанных.

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

6.1 Отбор проб молока, их хранение и подготовку к анализу проводят по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809. Допускается консервирование проб бихроматом калия.

6.2 Отбор проб сухого молока проводят по ГОСТ 3622.

6.3 Отбор проб сливок и хранение их производят по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809. Допускается консервирование бихроматом калия.

6.4 Отбор проб мороженого и концентрированного молока, хранение их проводят по ГОСТ 3622.

Измерению (анализу) подвергается жидкая смесь для мороженого перед заморозкой.

7 ПОДГОТОВКА И ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовку анализатора к работе проводят согласно руководства по эксплуатации, прилагаемого к прибору.

7.2 Подготовка пробы.

7.2.1 Подготовка пробы молока.

При наличии слоя отстоявшихся сливок молоко нагревают в водяной бане до температуры $(45 \pm 5)^\circ\text{C}$ и тщательно перемешивают путем переливания из сосуда в сосуд (не менее 3-х раз).

Затем пробу охлаждают до температуры $(22 \pm 4)^\circ\text{C}$.

7.2.2 Подготовка пробы сухого молока.

Дистиллированную воду нагреть на электрической плитке до температуры $40-42^\circ\text{C}$.

Подготовить прибор к измерению согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Нагреть водяную баню до температуры 45°C .

Стакан вместимостью 50 см^3 помещают на чашу весов и уравнивают.

В стакан помещают испытуемый продукт (сухое молоко) до достижения массы образца $12,50\text{ г}$.

Полученную навеску при помощи воронки и стеклянной палочки переносят в мерную колбу. Стакан не менее 3 раз ополаскивают теплой водой (приблизительно 20 см³), переливая каждый раз ополоски в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают до полного растворения молока.

Полученную таким образом пробу нагревают на водяной бане до температуры 40-42 °С и гомогенизируют при помощи лабораторного гомогенизатора. Затем пробу охлаждают до комнатной температуры.

7.2.3 Подготовка пробы сливок.

Предварительная подготовка к измерению производится по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

Пробу анализируемых сливок с массовой долей жира от 10 до 20 % нормализуют обезжиренным молоком одним из рекомендуемых способов:

1. Если сливки предположительно должны содержать массовую долю жира менее 20 %, то 20 г сливок нормализуют 80 г обезжиренного молока. Масса нормализованного молока $20 \text{ г} + 80 \text{ г} = 100 \text{ г}$;

2. Если сливки предположительно должны содержать массовую долю жира 20 % и более, то 10 г сливок нормализуют 90 г обезжиренного молока. Масса нормализованного молока $10 \text{ г} + 90 \text{ г} = 100 \text{ г}$.

Примечание. Для сливок меньшей жирности используют способ подготовки пробы для молока.

7.2.4 Подготовка проб мороженого и концентрированного молока

Предварительная подготовка к измерению производится по ГОСТ 3622.

Поместить на чашу весов стакан и уравновесить его. В стакан поместить 20,0 г концентрированного молока или 10,0 г жидкой смеси для мороженого. Затем в стакан поместить 20,0 г (при анализе концентрированного молока) или 30,0 г (при анализе мороженого) г воды и тщательно перемешать.

7.3 Подготовленную пробу помещают в приемное устройство прибора. Через 2,5 - 3,5 минуты считывают результаты анализа с показывающего устройства прибора.

7.4 При анализе проб значения измеряемых величин, перечисленных в таблице 1, снимаются непосредственно по показаниям анализатора.

7.5 По окончании измерений прибор промывают водой и моющим средством согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 В сухом молоке массовую долю жира (%) вычисляют по формуле:

$$Ж_{с.м} = \frac{Ж_{г} \cdot (100 - В)}{12,5} \quad (1)$$

где: $Ж_{г}$ - массовая доля жира в гомогенизированной пробе согласно показаниям прибора, %;

$В$ - масса влаги в 100 г сухого молока согласно паспортным данным или измеренная по ГОСТ 8764, г;

12,5 - навеска сухого молока, г.

Аналогичным образом вычисляют массовую долю СОМО (сухого обезжиренного молочного остатка)($С_{с.м}$), заменяя массовую долю жира $Ж_{г}$ в формуле массовой долей СОМО, полученной согласно показаниям прибора.

8.3 В сливках массовую долю жира (%) вычисляют по формуле:

$$Ж_{с} = \frac{M_{нс}}{M_{с}} \cdot (Ж_{нс} - Ж_{о}) + Ж_{о} \quad (2)$$

где: $M_{нс}$, $M_{с}$ - массы нормализованной смеси и анализируемых сливок;

$Ж_{с}$, $Ж_{нс}$, $Ж_{о}$ - массовая доля жира в анализируемых сливках, нормализованной смеси, обезжиренного молока, %;

$$\text{При этом } \frac{M_{нс}}{M_{с}} = 5, \text{ если } Ж_{с} < 20 \% \quad (3)$$

$$\frac{M_{нс}}{M_{с}} = 10, \text{ если } Ж_{с} \geq 20 \% \quad (4)$$

$$M_{с}$$

Пример 1.

Анализируемые сливки предположительно должны содержать массовую долю жира около 10 %. 20 г сливок нормализуют 80 г обезжиренного молока. В результате измерений на приборе массовая доля жира в нормализованной смеси получается равной $Ж_{нс} = 2,00$ %; массовая доля жира в обезжиренном молоке $Ж_{о} = 0,05$ %. Подставляя эти значения в формулу (2), получаем массовую долю жира анализируемых сливок:

$$Ж_c = 5 \cdot (2,00 - 0,05) + 0,05 = 9,80 \%$$

Пример 2.

Анализируемые сливки предположительно должны содержать массовую долю жира около 25%. 10 г сливок нормализуют 90 г обезжиренного молока. В результате измерений на приборе массовая доля жира в нормализованной смеси получается равной $Ж_{нс} = 2,5 \%$; массовая доля жира в обезжиренном молоке $Ж_0 = 0,05 \%$. Подставляя эти значения в формулу (2), получаем массовую долю жира анализируемых сливок:

$$Ж_c = 10 \cdot (2,50 - 0,05) + 0,05 = 24,55 \%$$

Примечание. Значения $Ж_c$ приведены без округления (см. п. 10.2).

8.4 В мороженом и концентрированном молоке массовую долю жира (%) вычисляют по формулам:

$$Ж_{мор(к.м)} = \frac{M_{нс}}{M_{мор(к.м)}} \cdot Ж_{нс} \quad (5)$$

где $M_{нс}$, $M_{мор(к.м)}$ - массы нормализованной смеси и анализируемого продукта (мороженого или концентрированного молока), г,

$Ж_{нс}$ - измеренное значение массовой доли жира нормализованной смеси, %,

- для концентрированного молока $\frac{M_{нс}}{M_{к.м}} = 2$ (6)

- для мороженого $\frac{M_{нс}}{M_{мор}} = 4$ (7)

Аналогичным образом вычисляют массовую долю СОМО (сухого обезжиренного молочного остатка) ($C_{мор(к.м)}$) и белка ($B_{мор(к.м)}$), заменяя массовую долю $Ж_{нс}$ в формуле (5) массовой долей СОМО ($C_{нс}$) и массовой долей белка ($B_{нс}$), полученными по показаниям прибора.

8.5 За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Разность между результатами определений не должна превышать значений, указанных в разделе «Контроль погрешности» (п.9.1).

9 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ

9.1 При выполнении каждого измерения контролируют сходимость результатов параллельных определений, полученных для двух проб.

Допускаемые значения разности между результатами двух параллельных определений приведены в таблице 2 (для доверительной вероятности 0,95).

Таблица 2

Показатели	Контролируемый объект	Норматив контроля сходимости результатов определений
Массовая доля жира	Молоко	0,17 %
	Сухое молоко	0,8 %
	Сливки	0,8 %
	Мороженое и концентрированное молоко	0,4 %

Продолжение таблицы 2

Показатели	Контролируемый объект	Норматив контроля сходимости результатов определений
Массовая доля белка	Молоко	0,28 %
	Мороженое и концентрированное молоко	0,70 %
		0,33 %
Массовая доля СОМО	Молоко	0,5 %
	Сухое молоко	0,7 %
	Мороженое и концентрированное молоко	0,8 %
Плотность	Молоко	0,6 кг/м ³

9.2 По требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику, и на этапе освоения методики, а также периодически (не реже 1 раза в три месяца) проводят контроль погрешности измерений.

При этом используют контрольные пробы исследуемых продуктов, в которых значение массовой доли жира определяется в соответствии с ГОСТ 22760, значение массовой доли СОМО - в соответствии с ГОСТ 3626, значение массовой доли белка - в соответствии с ГОСТ 23327, значение плотности - в соответствии с ГОСТ 3625.

Контрольные пробы хранят не более 4 часов.

Проверяют выполнение следующего условия (пример для жира в молоке):

$$\left(X_{\text{ж}} \right)_{\text{изм}} - \left(X_{\text{ж}} \right)_{\text{к}} \leq \delta \quad (6)$$

где $(X_{\text{ж}})_{\text{изм}}$ - значение массовой доли жира, полученное при проведении измерений в соответствии с данной МВИ, %

$(X_{\text{ж}})_{\text{к}}$ - значение массовой доли жира в контрольной пробе, %.

9.3. В том случае, если условие (6) не выполняется, выявляют причину несоответствия и проводят повторные измерения.

9.4. При получении неудовлетворительных результатов повторных измерений анализатор направляют в ремонт, после которого он должен быть поверен в соответствии с Методикой поверки.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Результаты измерений представляют в виде:

массовая доля жира в молоке $(X_{\text{ж}} \pm \delta) \%$, $P = 0,95$ (аналогично для $X_{\text{с.м.}}$, $X_{\text{с.}}$, $X_{\text{мор.}}$, $X_{\text{к.м.}}$);

массовая доля белка в молоке $(B_{\text{м}} \pm \delta) \%$, $P = 0,95$ (аналогично для $B_{\text{мор.}}$, $B_{\text{к.м.}}$);

массовая доля СОМО в молоке $(C_{\text{м}} \pm \delta) \%$, $P = 0,95$ (аналогично для $C_{\text{с.м.}}$, $C_{\text{мор.}}$, $C_{\text{к.м.}}$);

плотность молока $(\rho \pm \delta) \text{ кг/м}^3$, $P = 0,95$,

где δ - границы абсолютной погрешности, указанные в таблице 1 для $n=2$.

10.2 Количество знаков после запятой при записи результатов измерений должно соответствовать количеству знаков для δ (см. таблицу 1).