

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«БИОМЕР»

Группа П63  
ОКП 42 1540 7



УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО НПП «БИОМЕР»

  
\_\_\_\_\_ А.А. Мищенко

\_\_\_\_\_ " 17 " 08

\_\_\_\_\_ 2007г.

## ИНСТРУКЦИЯ

### Аттестованные смеси молока и сливок Методы и средства приготовления

ИНК 2007.02.03



НОВОСИБИРСК

2007г



## ВВЕДЕНИЕ

Настоящая инструкция устанавливает методы и средства приготовления аттестованных смесей молока и сливок.

### 1 ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1 Аттестованные смеси (АС) предназначены для поверки, испытаний, градуировки анализаторов молока «Клевер-2» и «Клевер-2М», а также для контроля стабильности градуировочных характеристик, выполняемых в соответствии МВИ.2007.24.01/2

1.2 Аттестованные смеси (АС) должны быть изготовлены из свежего не пастеризованного молока, обрата и сливок (по ГОСТ Р 52054-2003 и ГОСТ Р 52091-2003). Кислотность молока не более 20°Т по ГОСТ 3624-92.

1.3 Отбор проб и подготовку их к измерениям для аттестации АС проводят в соответствии с ГОСТ 13928-84.

1.4 Перечень АС, наименование аттестуемых характеристик (компонентный состав), диапазоны измерений, а также методики измерения приведены в таблице 1.

Таблица 1. Перечень АС, аттестуемые характеристики, методики измерений

Обозначение АС	Наименование аттестуемой характеристики	Диапазон	Методика измерения (шифр НД)	Характеристика погрешности методики <sup>1</sup>
1	2	3	4	5
АС -1	Фоновый образец: -плотность при 20°С, г/см <sup>3</sup>	0,9982	ГОСТ18995.1-73	±0,0002 г/см <sup>3</sup> <sup>4</sup>
АС-2	Массовая доля жира, %	0,1-0,20	ГОСТ 22760-77	± 0,03 %
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,16 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 % <sup>3</sup>

<sup>1</sup> Указанные характеристики погрешностей следует использовать только для контроля точности заводских градуировочных характеристик и выполнения собственной градуировки. При аттестации образцов с целью выполнения поверки основным условием аттестации является соответствие показателя жирности молока указанным в Таблице 1 интервалам. Для этого допускается использование других методик определения указанных показателей, включая методики с использованием образцовых средств измерений.

<sup>2</sup> Значение СОМО определяется в соответствии с ГОСТ 3626-84, как разница значения СМО (сухого молочного остатка) и жира. Характеристики погрешности значений СОМО рассчитаны из соответствующих характеристик погрешности при определении СМО и жира (по ГОСТ 3626-84 и по указанной для данной АС методике определения жира) соответственно.

<sup>3</sup> Данная характеристика пробы может быть не аттестована. Указанная методика распространена на другой объект и диапазон применимости. При необходимости аттестовать смесь именно по этому показателю следует использовать либо собственные внутрилабораторные погрешности, либо соответствующий расчетный способ определения (см. Методику Градуировки для потребителя).

АС-3	Массовая доля жира, %	0,7-1,2	ГОСТ 22760-77	± 0,03 %
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,16 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 % <sup>3</sup>
АС-4	Массовая доля жира, %	2,0-4,0	ГОСТ 22760-77	± 0,03 %
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,16 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 %
АС-5	Массовая доля жира, %	6,0-9,0	ГОСТ 22760-77	± 0,09%
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,3 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 % <sup>3</sup>
АС-6	Массовая доля жира, %	10,0-12,0	ГОСТ 5867-90	± 0,3 %
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,52 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 % <sup>3</sup>
АС-7	Массовая доля жира, %	15,0-20,0	ГОСТ 5867-90	± 0,3 %
	Массовая доля СОМО, %	3,0-15,0	Расчет	± 0,52 % <sup>2</sup>
	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1,0-1,40	ГОСТ 3625-84	±0,2 кг/м <sup>3</sup>
	Массовая доля белка, %	0,15-6,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 % <sup>3</sup>
АС-8	Массовая доля жира, %	2,0-4,0	ГОСТ 22760-77	± 0,03 %
	Массовая доля белка, %	2,0-5,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 %
	Массовая доля лактозы, %	3,5-5,0	ГОСТ Р51259-99	± 0,1 % <sup>4</sup>
	Массовая доля золы, %	0,5-1,5	ГОСТ 15113.8	±0,01 % <sup>43</sup>
АС-9	Массовая доля жира, %	2,0-4,0	ГОСТ 22760-77	± 0,03 %
	Массовая доля белка, %	2,0-5,0	ГОСТ 23327-98	± 0,06 %
	Массовая доля лактозы, %	3,5-5,0	ГОСТ Р51259-99	± 0,1 % <sup>4</sup>
	Массовая доля золы, %	0,5-1,5	ГОСТ 15113.8	±0,01 % <sup>43</sup>

1.5 Приготовленные АС желательно использовать в день приготовления. Консервирование смесей для хранения путем добавления консерванта или температурная обработка для стерилизации молока не допускается. Допускается хранение АС в холодильнике при температуре плюс 4 .... плюс 9 °С не более 3-х суток.

1.6 Необходимый объем каждой смеси рассчитывают в мл исходя из соотношения:  $V_{АС} = 250 \cdot n + 400$ , где n – число испытуемых приборов. Для АС-8,9 объем удваивается.

1.7 В качестве аттестованных смесей при выполнении процедуры поверки выходного сигнала и при контроле стабильности градуировочных характеристик (см. также Методику поверки ИНК 250.000.006 ИЗ, входящую в комплект документации к анализатору) может быть использован «Комплект проб» с образцами выходного сигнала, имеющие выходной сигнал аналогичный перечисленным АС. Образцы выходного сигнала, выпускаются только для поверки выходного сигнала и нестабильно-

<sup>4</sup> Указана сходимостъ для двух параллельных определений

сти работы анализатора и не пригодны для контроля значений измеряемых анализатором параметров состава молока.

## **2. ПРИМЕНЯЕМЫЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ**

2.1 Для аттестации применяются средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы, указанные в стандартизованных методиках измерений показателей качества молока и сливок, приведенных в Таблице 1, графа 4.

Для сепарации проб пригоден любой сепаратор-сливкоотделитель (по ГОСТ 18113-88) для непрерывного разделения цельного молока на сливки и обезжиренное молоко (обрат) с производительностью не менее 100 литр\час.

2.2 Применяемые средства измерений должны иметь свидетельства о поверке или поверочное клеймо.

2.3 Используемые для приготовления АС реактивы должны иметь действующий срок годности, а также сертификаты соответствия.

## **3. ПОДГОТОВКА К АТТЕСТАЦИИ И АТТЕСТАЦИЯ АС**

3.1 Подготовка к аттестации АС включает:

- подготовка молочных проб и сливок к измерениям.
- приготовление сыворотки для проведения двухстадийного анализа (АС-8, 9);

3.1.1 Приготовление сыворотки цельного молока АС-8, 9.

В колбу емкостью 250 мл пипеткой Мора наливают 100 мл молока (АС) и добавляют 0,9мл 20 % раствора хлористого кальция, закрывают колбу резиновой пробкой и помещают в кипящую водяную баню таким образом, чтобы вода в бане находилась выше уровня содержимого колбы. Через 5-10 секунд приоткрывают пробку, стравливая тем самым избыточное давление, образующееся в начальной стадии нагрева.

Выдерживают колбу, поддерживая указанную температуру и уровень воды в водяной бане в течение одного часа. По окончании извлекают колбу, охлаждают содержимое до комнатной температуры и отфильтровывают через один слой нетканого фильтровального материала. Полученную сыворотку выдерживают перед измерением не менее 0,5 часа. При необходимости допускается пропорциональное увеличение объема колбы и объема молока.

3.1.2 Пробы молока готовят к измерениям в следующей последовательности:

- цельное молоко подогревают до  $(35\pm 5)^\circ\text{C}$ , перемешивают;
- отделяют 1/3 часть для проведения проверки на анализаторе;
- оставшийся объем далее делят на две равные части;
- одну половину молока сепарируют для отделения сливок и обезжиренного молока.

Если сепаратор отрегулирован таким образом, что полученные сливки и обезжиренное молоко сразу соответствуют интервалу показателей АС-2, 3, 5-7 то нормализация пробы цельным молоком не проводится. Указанные объемы молока

и сливок для нормализации соответствуют степени разделения с образованием примерно 1%-ого обраты и 30%-ных сливок.

### 3.2 Аттестация АС

#### 3.2.1 Аттестованная смесь АС-1.

Готовят дистиллированную воду, определяют рН, проводимость согласно ГОСТ 6709. Плотность воды измеряют по ГОСТ 18995.1 пикнометрическим способом.

3.2.2 Аттестованная смесь АС-2 с массовой долей жира (0,1-0,2) % готовится из обезжиренного молока, полученного после сепарации обезжиренного молока (п. 3.2.3). Значение массовой доли жира определяют в соответствии с ГОСТ 22760.

**Массовую долю СОМО для всех указанных ниже АС рассчитывают по разности полученного значения СМО и жира определенных по ГОСТ 3626-84 и указанному ГОСТу для жира соответственно.**

Плотность АС-2 измеряют по методике ГОСТ 3625 пикнометрическим способом.

3.2.3 Аттестованная смесь АС-3 с массовой долей жира (0,7-1,0)% готовят из обезжиренного молока, полученного после сепарации цельного молока по п. 3.1.2. Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 22760.

Плотность смеси определяют по ГОСТ 3625 пикнометрическим способом.

3.2.4 Аттестованная смесь АС-4 с массовой долей жира 2,8-4,0% готовится из цельного молока. Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 22760.

Плотность смеси определяют по ГОСТ 3625 пикнометрическим способом. Погрешность определения плотности  $\pm 0,0002$  кг/м<sup>3</sup>.

3.2.5 Аттестованная смесь АС-5 с массовой долей жира 7,0-8,0% готовится из сливок и цельного молока. Цельное молоко смешивают со сливками, полученными при сепарировании в соотношении объемных частей 1: 0,2 или 1: 0,3.

Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 22760.

Плотность определяют по ГОСТ 3625 пикнометрическим способом. Аттестованную смесь АС-6 с массовой долей жира 10,0-12,0% готовят из сливок и цельного молока. Цельное молоко смешивают со сливками, полученными при сепарировании в соотношении объемных частей 1: 0,5 (или 1: 0,3 в зависимости от жирности сливок).

Массовую долю жира определяют по ГОСТ 5867-90.

Плотность смеси определяют по ГОСТ 3625 пикнометрическим способом.

3.2.7 Аттестованную смесь АС-7 с массовой долей жира 15,0-20,0% готовят из сливок и цельного молока. Цельное молоко смешивают со сливками, полученными при сепарировании в соотношении объемных частей 1: 0,8 или 1: 1.

Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 5867-90.

Плотность смеси определяют по ГОСТ 3625 пикнометрическим способом.

3.2.8 Для определения метрологических характеристик при проведении двухстадийного измерения массовой доли жира, белка, лактозы, золы (минеральных солей) готовят два АС, объем каждой из них должен быть 500 см<sup>3</sup> или более.

3.2.8.1 Аттестованную смесь АС-8 готовят из цельного сборного молока. Объем полученной пробы должен составлять не менее 500 см<sup>3</sup>.

Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 22760

Массовую долю белка определяют в соответствии с методикой ГОСТ 23327-98 (по Кьельдалю). Массовую долю лактозы в АС определяют согласно ГОСТ 31086-2002.

Массовую долю минеральных солей (зола) определяют по ГОСТ 15113.8 (раздел 2).

3.2.8.2 Аттестованную смесь АС-9 готовят из цельного молока, при этом возможно использовать молоко от индивидуального животного. Объем пробы должен быть не менее 500см<sup>3</sup>. Состав пробы должен иметь максимальные отличия по составу от АС-8. Максимальные отличия смесей АС-8 - АС-9 достигаются взятием проб молока из разных источников, например от разных пород коров или от индивидуального животного. Данное отличие желательно только при проведении градуировки анализатора «Клевер-2М».

Массовую долю жира определяют согласно ГОСТ 22760.

Массовую долю белка определяют в соответствии с методикой ГОСТ 23327.

Массовую долю лактозы в АС определяют согласно ГОСТ Р51259-99.

Массовую долю минеральных солей (зола) определяют по ГОСТ 15113.8 (раздел 2).

3.2.9 Перед началом измерений на анализаторе пробы нагревают до  $(40\pm 2)^\circ\text{C}$ , перемешивают путем их переливания из одной емкости в другую три-пять раз. Охлаждают до  $(25\pm 1)^\circ\text{C}$ , перемешивают путем переливания из одной емкости в другую не менее 4-5 раз и приступают к измерениям.

#### **4 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ**

4.1 Результаты приготовления аттестованных смесей должны быть оформлены протоколами на каждую АС или занесены в специальный журнал. При этом должны быть указаны все характеристики приготовленных смесей.

