
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
55063—
2012

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕННЫЕ

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМС Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 ноября 2012 г. № 759-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	3
4 Правила приемки	3
5 Отбор и подготовка их к испытаниям	4
6 Условия проведения испытаний	8
7 Методы контроля	8
7.1 Контроль упаковки и маркировки	8
7.2 Определение массы нетто	8
7.3 Определение размера головки сыра	9
7.4 Определение температуры	9
7.5 Определение массовой доли рассола (маринада или масляной заливки) для сыра в потребительской упаковке	9
7.6 Определение массовой доли влаги и сухого вещества	10
7.7 Определение массовой доли влаги и сухого вещества (ускоренный метод)	12
7.8 Определение массовой доли жира	14
7.9 Определение массовой доли хлористого натрия (поваренной соли)	16
7.10 Определение массовой доли хлористого натрия (ускоренный метод)	21
7.11 Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия	23
7.12 Определение массовой доли сахарозы в продуктах с сахаром	23
7.13 Определение массовой доли белка	25
7.14 Определение массовой доли бенз(а)пирена	25
7.15 Определение pH	25
7.16 Установление фальсификации жировой фазы жирами немолочного происхождения	25
8 Оформление результатов испытаний	26
9 Контроль точности результатов испытаний	27
10 Требования безопасности	27
10.1 Условия безопасного проведения работ	27
10.2 Требования к квалификации оператора	27
Библиография	28

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕННЫЕ

Правила приемки, отбор проб и методы контроля

Kinds of cheese and processed cheese.
The rules of test acceptance, sampling and control methods

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сыры, плавленые сыры и устанавливает правила приемки, отбор проб и методы контроля физико-химических показателей.

Допускается использовать настоящие правила приемки, отбор проб и методы контроля для сырных масс, сырных продуктов и плавленых сырных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 707—2010 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

ГОСТ Р 50779.11—2000 (ИСО 3534-2—93) Статистические методы. Статистическое управление качеством. Термины и определения

ГОСТ Р 51258—99 (ДИН 10326—86) Молоко и молочные продукты. Метод определения сахарозы и глюкозы

ГОСТ Р 51457—99 Сыр и сыр плавленый. Гравиметрический метод определения массовой доли жира

ГОСТ Р 51471—99 Жир молочный. Метод обнаружения растительных жиров газожидкостной хроматографией стерина

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 51650—2000 Продукты пищевые. Методы определения массовой доли бенз(а)пирена

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53359—2009 Молоко и продукты переработки молока. Метод определения pH

ГОСТ Р 55063—2012

ГОСТ Р 54045—2010 (ИСО 5943:2006) Сыры и плавленые сыры. Определение содержания хлоридов. Метод потенциометрического титрования

ГОСТ Р 54076—2010 Сыры и сырные продукты. Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

ГОСТ Р 54662—2011 Сыры и сыры плавленые. Определение массовой доли белка методом Кельдаля

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 166—89 (ИСО 3599-76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 975—88 Глюкоза кристаллическая гидратная. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислородное. Технические условия

ГОСТ 1341—97 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.

Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6445—74 Бумага газетная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6859—72 Приборы для отмеривания и отбора жидкостей. Технические условия

ГОСТ 7031—75 Песок кварцевый для тонкой керамики

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 8736—93 Песок для строительных работ. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17498—72 Мел. Виды, марки и основные технические требования

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 23094—78 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ Р 50779.11, ГОСТ Р 52738, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 бескорковый сыр: Сыр, созревание которого было проведено в условиях, исключающих (или допускающих в незначительной степени) обезвоживание поверхностного слоя сырной головки.

3.2 корковый сыр: Сыр, при созревании которого происходит естественное обезвоживание поверхностного слоя сырной головки, приводящее к образованию структурно измененного (ороговевшего) слоя, отличающегося на разрезе от остальной сырной массы желтым или желтоватым цветом.

4 Правила приемки

4.1 Сыры и плавленые сыры принимают партиями.

Партией сыра считают совокупность единиц продукции одной сыродельной ванны или сыроизготовителя, однородной по составу и качеству, имеющей одно и то же наименование, находящейся в однородной таре, произведенной одним и тем же изготовителем в соответствии с одним и тем же техническим документом на однотипном технологическом оборудовании и имеющей одну и ту же дату производства.

Партией плавленого сыра считают совокупность единиц продукции, однородной по составу и качеству, имеющей одно и то же наименование, находящейся в однородной таре, произведенной одним и тем же изготовителем в соответствии с одним и тем же техническим документом на однотипном технологическом оборудовании и имеющей одну и ту же дату производства.

4.2 Для контроля продукта при приемке проводят выборку случайным образом от всей партии. Из партии отбирают выборку продукта в транспортной таре в объеме, указанном в таблице 1.

Таблица 1

Число единиц транспортной тары и/или упаковки в партии	Число единиц транспортной тары в выборке	Число единиц транспортной тары и/или упаковки в партии	Число единиц транспортной тары в выборке
Не более 5	1	От 41 до 60	5
От 6 до 15	2	От 61 до 85	6
От 16 до 25	3	От 86 до 100	7
От 26 до 40	4	От 101 и более	5 %, но не менее 7 единиц

Для дальнейшего контроля из каждой включенной в выборку единицы транспортной тары отбирают одну головку, один блок, один батон продукта или необходимое количество упаковочных единиц потребительской тары.

Не допускается включение в выборку деформированных, вскрытых, подмоченных, с утраченными маркировочными надписями единиц транспортной тары.

Примечание — В выборку не включают сыр в транспортной таре с маркировкой «сборный».

4.3 Проверку качества упаковки и соответствия маркировки требованиям нормативных правовых актов [1], [2], нормативного или технического документа проводят путем осмотра внешнего состояния упаковки и экспертизы маркировочного текста пяти процентов упаковочных единиц выборки.

4.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания на удвоенной суммарной пробе, то есть суммарной пробе, отобранной в удвоенном количестве (по массе или числу упаковочных единиц) случайным способом от всей партии. Повторные испытания проводят только по тем показателям, по которым получены неудовлетворительные результаты. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

5 Отбор проб и подготовка их к испытаниям

5.1. Общие положения

5.1.1 Отбор проб проводят уполномоченные лица, прошедшие соответствующее обучение.

5.1.2 Отбор проб проводят после проверки состояния тары и установления однородности партии. В случае смешивания партий продукцию рассортировывают на однородные партии.

5.1.3 Отбор проб должен обеспечить представительность выборки продукта.

5.1.4 Отбор проб проводят специальными щупами, размер которых определяется размерами головки, шпателями, ножами, режущей проволокой, требования к которым определены ГОСТ Р ИСО 707.

Оборудование для отбора проб должно быть изготовлено из нержавеющей стали или иного материала соответствующей прочности, не способного вызывать изменения пробы и повлиять на результаты дальнейших испытаний.

Все поверхности должны быть гладкими, углы — закруглены. Перед использованием оборудования должно быть чистым и сухим.

5.1.5 При составлении суммарной пробы число мгновенных проб от каждой единицы тары, включенной в выборку, должно быть одинаковым.

5.1.6 Пробы помещают в емкости необходимого размера и формы, имеющие широкие отверстия, изготовленные из материалов, не влияющих на результаты дальнейших испытаний, и закрывают крышками. Целые головки сыра помещают в мешки или пакеты из полимерных материалов с надлежащими методами укупоривания.

Емкости и крышки должны быть чистыми и сухими, предпочтительно непрозрачными. Прозрачные емкости с отобранными пробами хранят в темном месте.

Емкости для проб должны закрываться герметично.

Допускается для внутреннего контроля использование одноразовых пластмассовых емкостей, подходящих мешков или пакетов из полимерных материалов.

5.1.7 Оценку физико-химических показателей проводят на основании испытаний суммарной пробы каждой однородной партии.

5.2 Отбор проб сыра

5.2.1 Отбор мгновенных проб сыров массой менее 1 кг

Для отбора проб берут целую головку сыра, освобождают ее от упаковочного материала и корки (при наличии). Пробу отбирают ножом, вырезая от головки в виде низкого цилиндра, шара сектор или от головки в виде прямоугольного или квадратного бруска 1/4 ее часть.

5.2.2 Отбор мгновенных проб сыров массой от 1 до 5 кг

5.2.2.1 При отборе проб сыров массой от 1 до 5 кг, имеющих форму низкого или высокого цилиндра, щуп вводят с боковой поверхности ближе к центру, имеющих форму бруска — с боковой или торцевой стороны. В обоих случаях щуп вводят, отступив от одного из оснований головки сыра на 1/3 высоты.

При отборе проб сыров шаровидной формы щуп вводят с верхней части до центра головки.

Допускается при отборе проб сыров, имеющих форму цилиндра или бруска, вводить щуп с торцевой стороны ближе к центру.

Щуп вводят на глубину $3/4$ длины щупа и располагая наклонно под углом 60° .

5.2.2.2 От вынутых столбиков сыра отделяют корковый слой длиной 1 см. Оставшийся столбик при помощи ножа или шпателя переносят в емкость для проб. Данную процедуру повторяют для каждой головки сыра, входящей в выборку, с целью получения суммарной пробы.

Верхнюю часть столбиков с корковым слоем возвращают на прежнее место, а поверхность сыра заливают расплавленным полимерно-парафиновым сплавом для покрытия сыров или оплавливают нагретой металлической пластинкой.

5.2.2.3 При отборе проб бескорковых сыров для составления пробы используют целиком весь столбик сыра, отобранный щупом. Головку сыра в этом случае повторно упаковывают в полимерные материалы под вакуумом.

5.2.3 Отбор мгновенных проб сыров массой более 5 кг

5.2.3.1 Отбор проб сыров массой более 5 кг проводят щупом для сыра, вводя его на глубину $3/4$ длины щупа и располагая наклонно под углом 60° .

При отборе проб сыров, имеющих форму низкого цилиндра, щуп вводят с верхней поверхности, отступив не менее 5 см от края головки.

При отборе проб сыров, имеющих форму бруска или куба, щуп вводят с боковой стороны ближе к центру.

При отборе проб сыров шаровидной формы щуп вводят с верхней части до центра головки.

Щуп поворачивают на один полный оборот и извлекают с отобранным сыром.

5.2.3.2 Для корковых сыров от вынутого столбика сыра отделяют корковый слой длиной 1,5 см, оставшийся столбик при помощи ножа или шпателя переносят в емкость для проб. Данную процедуру повторяют для каждой головки сыра, входящей в выборку, с целью получения суммарной пробы.

Верхнюю часть столбиков с корковым слоем возвращают на прежнее место, а поверхность сыра заливают расплавленным полимерно-парафиновым сплавом для покрытия сыров или оплавливают нагретой металлической пластинкой.

5.2.3.3 При отборе проб бескорковых сыров для составления пробы используют целиком весь столбик сыра, отобранный щупом. Головку сыра в этом случае повторно упаковывают в полимерные материалы под вакуумом.

5.2.4 Отбор мгновенных проб мягких сыров

Отбор проб мягких сыров, имеющих форму бруска или низкого цилиндра, и составление суммарной пробы проводят в соответствии с требованиями, изложенными в 5.2.3.1. Для составления пробы используют целиком весь столбик сыра, отобранный щупом. Данную процедуру повторяют для каждой головки сыра, входящей в выборку, с целью получения суммарной пробы.

Отбор проб сыров с поверхностной микрофлорой проводят, вырезая ножом сектор длиной дуги около 2 см.

5.2.5 Отбор мгновенных проб рассольных сыров

Отбор проб рассольных сыров проводят после обсушки головки на воздухе в течение 5—10 мин с последующим удалением следов заливки с поверхности сыра фильтровальной бумагой по ГОСТ 12026. Далее отбор проб рассольных сыров, имеющих форму бруска или низкого цилиндра, и составление суммарной пробы проводят в соответствии с требованиями, изложенными в 5.2.3.1.

Для составления суммарной пробы рассольных сыров используют целиком весь столбик сыра, отобранный щупом. Данную процедуру повторяют для каждой головки сыра, входящей в выборку, с целью получения суммарной пробы.

5.2.6 Допускается отбор проб по 5.2.2—5.2.5 проводить ножом, режущей проволокой, отрезая от головки сыра сектор или кусок в зависимости от формы головки.

5.2.7 Отбор мгновенных проб сыров с чеддеризацией и термомеханической обработкой сырной массы

Отбор проб сыров с чеддеризацией и термомеханической обработкой сырной массы, имеющих форму низкого цилиндра, проводят, вырезая ножом сектор длиной дуги около 2 см.

Отбор проб сыров с чеддеризацией и термомеханической обработкой сырной массы, не имеющих конкретной геометрической формы, проводят, отступив от края не менее 5 см, отрезая ножом в поперечном направлении ломтик массой около 50 г.

5.2.8 Отбор мгновенных проб сухих сыров

Пробы сухих сыров отбирают щупом, совком, шпателем или ложкой с широкой лопастью.

Суммарную пробу сухих сыров в потребительской таре массой менее 100 г составляют из целых упаковок сыра.

5.2.9 Отбор мгновенных проб сырных масс

Пробы сырных масс отбирают щупом, опуская его до дна бочки, мешка, пакета. Отбирают три мгновенных пробы: одну из центра, другие две — на расстоянии 3—5 см от стенки бочки, мешка, пакета с противоположных сторон.

5.2.10 Отбор мгновенных проб сыров в потребительской таре

Пробы сыров в потребительской таре, включенных в выборку, отбирают ножом или шпателем из разных мест каждой единицы потребительской тары.

Для сыров в потребительской таре массой 30 г и менее, сыров в оригинальной упаковке суммарную пробу составляют из целых упаковок сыра, предварительно удалив с них упаковочный материал.

5.2.11 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую емкость для составления суммарной пробы.

5.2.12 Суммарная проба при внутреннем и внешнем контроле

5.2.12.1 При внутреннем контроле сыров масса суммарной пробы — не менее 100 г.

При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей по нему проводят повторный анализ удвоенного объема суммарной пробы.

5.2.12.2 При внешнем контроле сыров масса суммарной пробы — не менее 1 кг.

Отобранную суммарную пробу делят на две части: первую подвергают лабораторным испытаниям, а вторую часть суммарной пробы используют в случае возникновения разногласий при получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей.

Срок хранения второй части суммарной пробы равен сроку годности сыра при соответствующей температуре и влажности.

5.3 Отбор проб плавленых сыров

5.3.1 Отбор мгновенных проб плавленых сыров в форме блока

Пробы плавленых сыров в форме прямоугольного блока отбирают в виде ломтика после разрезания ножом или режущей проволокой, обработанных ректифицированным этиловым спиртом, блока пополам в поперечном направлении путем отрезания по месту разреза.

Оставшиеся после разрезания части блока подвергают вторичной упаковке.

5.3.2 Отбор мгновенных проб плавленых сыров в форме батона

От плавленых сыров в форме батона пробы отбирают, отрезая ножом в поперечном направлении на расстоянии не менее 5 см от края батона кусок продукта длиной 2—3 см. У колечных плавленых сыров снимают уплотненный слой толщиной 0,2—0,3 см, затем проводят отбор проб.

5.3.3 Отбор мгновенных проб плавленых сыров в потребительской таре

Пробы плавленых сыров в потребительской таре, включенных в выборку, отбирают ножом или шпателем из разных мест каждой единицы потребительской тары.

Для плавленых сыров в потребительской таре массой 30 г и менее, плавленых сыров в тубах и другой оригинальной упаковке суммарную пробу составляют из целых упаковок плавленого сыра, предварительно удалив с них упаковочный материал.

5.3.4 Отбор мгновенных проб сухих плавленых сыров

Пробы сухих плавленых сыров отбирают щупом, совком, шпателем или ложкой с широкой лопастью.

Суммарную пробу сухих плавленых сыров в потребительской таре массой менее 100 г составляют из целых упаковок сухого плавленого сыра.

5.3.5 Мгновенные пробы помещают в емкость для составления суммарной пробы.

5.3.6 Суммарная проба при внутреннем и внешнем контроле

5.3.6.1 При внутреннем контроле плавленых сыров масса суммарной пробы — не менее 150 г.

При получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей по нему проводят повторный анализ удвоенного объема суммарной пробы.

5.3.6.2 При внешнем контроле плавленых сыров масса суммарной пробы — не менее 1 кг.

Отобранную суммарную пробу делят на две части: первую подвергают лабораторным испытаниям, а вторую часть суммарной пробы используют в случае возникновения разногласий при получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей.

Срок хранения второй части суммарной пробы равен сроку годности плавленого сыра при соответствующей температуре и влажности.

5.4 Маркирование, хранение и транспортирование суммарных проб

5.4.1 Пробы, предназначенные для внутреннего контроля, снабжают этикеткой с обозначением наименования продукта, номера партии и даты выработки.

5.4.2 Пробы, направляемые в лабораторию вне предприятия-изготовителя, снабжают этикеткой и актом отбора проб с указанием:

- адреса испытательной лаборатории;
- наименования, сорта (при наличии) и даты производства продукта;
- места отбора проб;
- наименования предприятия-изготовителя;
- объема партии, от которой отобрана проба;
- идентификационного номера и любой кодовой маркировки партии, из которой были отобраны пробы;
- температуры продукта в момент отбора пробы;
- даты и часа отбора пробы;
- должности и подписи лиц, отобравших пробу;
- показателей, которые должны быть определены в продукте;
- номер и дату транспортного документа, сопровождающего контролируемую партию продукта;
- обозначения нормативного или технического документа на продукт.

Этикетка с указанием номера акта отбора проб, наименования продукта, номера партии и даты выработки должна быть подписана лицами, отобравшими пробу.

Надписи на этикетке с пробами наносят любым способом, обеспечивающим четкое их прочтение.

Допускается маркировочный текст на этикетку наносить вручную, используя не имеющие запаха стойкие чернила или маркеры.

5.4.3 Пробы пломбируют или опечатывают. Емкости перевязывают шпагатом, концы которого закидывают наверх крышки и там пломбируют.

Пакеты или мешки с целыми головками, блоками, батонами перевязывают шпагатом и пломбируют.

5.4.4 Хранение и транспортирование суммарных проб проводят при условии сохранения состояния пробы в момент ее отбора до начала ее испытаний.

В процессе транспортирования необходимо исключить воздействие посторонних неприятных запахов, прямого солнечного света и других неблагоприятных условий.

Условия хранения проб — согласно документу на соответствующий продукт.

Пробы после отбора следует сразу же доставить в лабораторию для испытаний. Время доставки проб — не более 4 ч.

5.5 Подготовка проб к испытаниям

5.5.1 При внутреннем контроле из всей суммарной пробы продукта готовят лабораторную пробу.

При внешнем контроле отобранную суммарную пробу делят на две части. Первую часть массой не менее 500 г подвергают лабораторным испытаниям.

Вторую часть суммарной пробы в доставленной емкости хранят при условиях, установленных для конкретного продукта, и используют в случае возникновения разногласий при получении неудовлетворительных результатов анализов хотя бы по одному из физико-химических показателей.

Срок хранения второй части суммарной пробы равен сроку годности продукта при соответствующей температуре и влажности.

5.5.2 Для подготовки лабораторной пробы используют: устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, или терку металлическую бытовую с мелкой перфорацией, или ступку 5(6) с пестиком 3(4) по ГОСТ 9147, или шаровую мельницу.

5.5.3 Перед измельчением продукта с вкусовыми компонентами из суммарной пробы предварительно удаляют вкусовые компоненты (изюм, курага, орехи и т.п.).

5.5.4 Суммарную пробу продукта с плотной консистенцией измельчают на измельчающем устройстве и перемешивают.

Примечание — Допускается пробу продукта с плотной консистенцией измельчать на металлической терке с мелкой перфорацией.

Очистку измельчающего устройства проводят после подготовки каждой пробы продукта.

5.5.5 Суммарную пробу продукта с пастообразной консистенцией тщательно растирают пестиком в фарфоровой ступке и перемешивают.

5.5.6 Суммарную пробу сухого продукта размалывают на шаровой мельнице.

Примечание — Допускается пробу продукта измельчать пестиком в фарфоровой ступке.

5.5.7 От подготовленной лабораторной пробы выделяют пробы для анализа в соответствии с конкретным методом испытания.

5.6. Испытания проводят сразу же после подготовки лабораторной пробы.

6 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 (от 630 до 795) кПа (мм рт. ст.).

7 Методы контроля

7.1 Контроль упаковки и маркировки

7.1.1 Контроль упаковки и маркировки проводят путем внешнего осмотра тары и экспертизы этикетки, ярлыка и т.п., определяя их соответствие требованиям [1], [2] и нормативного или технического документа на конкретный продукт. Контролю подлежит каждая единица транспортной тары или каждая единица потребительской тары, включенной в выборку.

7.1.2 При осмотре отмечают наличие этикетки или литографского оттиска, содержание надписи на этикетке, проверяют целостность и состояние упаковочного материала, качество транспортной тары, а также дефекты упаковки: повреждения, вмятины, разрывы, увлажнения, наличие загрязнений и плесени. У потребительской тары отмечают дополнительно деформацию упаковок, дефекты заделки упаковочного материала и крышек на полимерной таре.

При обнаружении загрязнения и плесени на транспортной или потребительской таре, включенной в выборку, контролю подлежит каждая единица транспортной тары с продукцией в партии. По результатам контроля упаковки и маркировки приемке подлежат только те единицы транспортной тары контролируемой партии, которые соответствуют требованиям [1], [2], нормативного или технического документа на соответствующий продукт.

При обнаружении загрязнений и плесени на поверхности продукта в потребительской таре партия приемке не подлежит.

7.1.3 Приемке подлежит только продукция, упаковка и маркировка которой соответствуют требованиям [1], [2], нормативного или технического документа на соответствующий продукт.

7.2 Определение массы нетто

7.2.1 В каждой партии массу нетто определяют не менее чем в двух головках, блоках, батонах, трех единицах потребительской тары массой более 100 г или пяти единицах потребительской тары для продукта массой менее 100 г.

7.2.2 Средства измерений

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с допускаемой абсолютной погрешностью, г, не более:

$\pm 0,1$	при определении массы	до	100 г	включительно;
$\pm 0,5$	»	»	»	»
$\pm 1,0$	»	»	»	»
$\pm 2,0$	»	»	»	»
$\pm 5,0$	»	»	»	»
$\pm 10,0$	»	»	»	»
$\pm 50,0$	»	»	»	»

7.2.3 Проведение измерений

7.2.3.1 Каждую упаковочную единицу продукта массой более 100 г взвешивают отдельно.

7.2.3.2 Продукт в головках, блоках или батонах взвешивают вместе с пакетом, полимерной пленкой, сплавом, покрытием или другим упаковочным материалом, использование которых установлено нормативным или техническим документом на конкретное наименование продукта. Результаты взвешивания принимают за массу нетто.

7.2.3.3 При определении массы нетто для продукта в потребительской таре подготовленную к испытаниям упаковочную единицу взвешивают, затем содержимое потребительской тары как можно пол-

нее переносят в чистую емкость. Освободившуюся потребительскую тару моют, сушат и взвешивают. Если внутри потребительской тары использовался покровный материал, то его очищают от продукта и взвешивают вместе с тарой.

Взвешивание продукта в упаковочном материале или потребительской таре и взвешивание упаковочного материала или потребительской тары проводят на одних и тех же весах.

7.2.4 Обработка результатов измерений

Массу нетто m_n , г(кг), вычисляют по формуле

$$m_n = m_b - m_t, \quad (1)$$

где m_b — масса брутто, г(кг);

m_t — масса упаковочного материала или потребительской тары, г(кг).

Допускаемые отрицательные отклонения массы нетто от номинального количества должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.579.

7.3 Определение размера головки сыра

Размеры сыра определяют, измеряя линейные размеры одной из головок от каждой единицы транспортной тары, вошедшей в выборку, используя линейку измерительную металлическую по ГОСТ 427.

У головок сыра с выпуклыми боковыми гранями высоту головки определяют, используя штангенциркуль по ГОСТ 166.

7.4 Определение температуры

7.4.1 Температуру продукта измеряют во вскрытых контролируемых упаковочных единицах перед отбором проб для физико-химических испытаний.

7.4.2 Средства измерений и реактивы

Термометр цифровой ТС-101, «Замер-1» диапазоном измерения температуры от минус 30 °С до плюс 120 °С и пределом допускаемой погрешности ± 1 °С.

Термометр портативный ТП-5 диапазоном измерения температуры от минус 30 °С до плюс 120 °С и пределом допускаемой погрешности ± 1 °С.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных, рекомендованные для пищевых продуктов.

7.4.3 Проведение измерения

Температуру измеряют в соответствии с правилами по эксплуатации термометров.

Датчик измерительного прибора после обеззараживания этиловым спиртом вводят в центр головки, блока, батона продукта на глубину, равную половине высоты, и измеряют температуру. Для продукта, упакованного в потребительскую тару, температуру измеряют в центре упаковки на глубине, равной половине высоты потребительской тары.

Информация о температуре с цифрового термометра считывается после стабилизации показаний индикатора.

В каждой партии температуру определяют не менее чем в двух головках, блоках, батонах или трех единицах потребительской тары.

7.4.4 Обработка результатов измерений

Определяют среднеарифметическое значение измерений в каждой партии, результат округляют до целого числа.

Расхождение между измерениями не должно превышать 1 °С.

7.5 Определение массовой доли рассола (маринада или масляной заливки) для сыра в потребительской упаковке

7.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с допускаемой абсолютной погрешностью, г, не более:

$\pm 0,1$	при определении массы	до	100 г	включительно;
$\pm 0,5$	»	»	св. 100 г	» 500 г »;
$\pm 1,0$	»	»	» 500 г	» 1000 г »;
$\pm 2,0$	»	»	» 1000 г	» 2000 г ».

Сита лабораторные из металлической сетки по ГОСТ Р 51568 номинальным размером ячеек 4 мм, диаметром не более 200 мм.

Чашки ЧКЦ-1—2500 по ГОСТ 25336 или другая посуда диаметром 200 мм и необходимой вместимостью.

7.5.2 Проведение измерений

Взвешивают потребительскую тару с сыром в рассоле (маринаде или заливке), определяют массу брутто. Затем все содержимое потребительской тары переносят на сито, равномерно распределяют по его поверхности и дают стечь жидкости не менее 5 мин. Жидкость собирают в предварительно взвешенную чашку и определяют ее массу. Затем взвешивают упаковочный материал или потребительскую тару с крышкой.

7.5.3 Обработка результатов измерений

Массовую долю рассола (маринада или масляной заливки) X_1 , %, определяют по формуле

$$X_1 = \frac{m_p}{m_6 - m_T} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_p — масса рассола (маринада или масляной заливки), г;

100 — коэффициент пересчета результатов в проценты;

m_6 — масса брутто, г;

m_T — масса тары, г.

7.6 Определение массовой доли влаги и сухого вещества

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества продукта для определения массовой доли влаги в диапазоне значений от 3,0 % до 70,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определения массовой доли влаги при $P = 0,95$ составляют:

± 0,2 % для сыров и плавленых сыров, кроме сухих;

± 0,4 % для сухих сыров и плавленых сыров.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 100 °С до 200 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр ТЛ-7 диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (102 ± 2) °С.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры до 180 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Сита лабораторные по ГОСТ Р 51568 номинальным размером отверстий 0,5 и 1,5 мм.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере до 600 °С, отклонением от заданной температуры ± 25 °С.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 1(2)—175(230) по ГОСТ 9147.

Тигель низкий 3 по ГОСТ 9147.

Стаканчик для взвешивания СН—60/14 по ГОСТ 25336 или бюксы лабораторные алюминиевые диаметром 50 мм, высотой 38 мм, вместимостью 70 см³, с крышкой.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчика или бюкса и длиной 30 см.

Чашка ЧКЦ-1—2500 по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 5(6) по ГОСТ 9147.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двухлористый безводный.

Песок для строительных работ по ГОСТ 8736, природный.

Песок кварцевый по ГОСТ 7031 или фракционированный 0,8—1,4 мм.

Противень металлический.

Шпатель 4 или ложка 4 по ГОСТ 9147.

Ложка 2(3) по ГОСТ 9147.

Посуда полиэтиленовая с крышкой.

Бумага индикаторная универсальная.

Перчатки или напальчники из замши теплостойкие, или щипцы тигельные.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода питьевая по [3].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

7.6.2 Подготовка к проведению испытаний

7.6.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты

Соляную кислоту смешивают с питьевой водой в соотношении 1:1 по объему.

Срок хранения раствора — не более 3 мес.

7.6.2.2 Подготовка силикагеля

Силикагель сушат в сушильном шкафу при температуре $(165 \pm 15)^\circ\text{C}$ в течение 3—4 ч, охлаждают и помещают в эксикатор.

После заполнения силикагелем 2/3 нижней части корпуса эксикатора в эксикатор помещают вставку, в центральное отверстие которой устанавливают тигель, наполненный двуххлористым кобальтом массой 1—2 г, за цветом которого периодически наблюдают.

При изменении цвета двуххлористого кобальта от голубого до розового силикагель повторно сушат или заменяют на новый.

7.6.2.3 Подготовка песка

Песок просеивают на противень через сито с диаметром отверстий 1,5 мм, затем через сито с диаметром отверстий 0,5 мм. В чашку берут ту часть песка, которая осталась на втором сите, и промывают несколько раз питьевой водой до прозрачного слоя воды над песком. Воду сливают, приливают раствор соляной кислоты до полного покрытия песка и оставляют на 12—14 ч, перемешивая шпателем (ложкой) 3—5 раз.

Соляную кислоту сливают и промывают песок питьевой водой путем декантации до нейтральной реакции (контроль ведут по индикаторной бумаге). Затем песок промывают дистиллированной водой, переносят его в выпарительную чашку, просушивают в сушильном шкафу при температуре $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$ и прокалывают в муфельной печи при температуре не ниже 500°C до полного удаления органических веществ (через 10 мин после прекращения выделения дыма).

Подготовленный песок хранят в полиэтиленовой посуде с закрытой крышкой.

7.6.3 Проведение испытаний

7.6.3.1 Открытый стаканчик для взвешивания (или алюминиевую бюксу) с 20—30 г подготовленного песка, стеклянной палочкой и крышку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 30—40 мин. Затем стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой и переносят в эксикатор. Охлаждают в течение 40 мин, взвешивают и записывают результат с точностью до третьего десятичного знака.

В подготовленный стаканчик помещают от 3 до 5 г продукта и взвешивают с записью результата с точностью до 0,0001 г. Открыв крышку стаканчика, стеклянной палочкой осторожно и тщательно перемешивают продукт с песком, равномерно распределяя по дну. Стаканчик с содержимым ставят на (15 ± 5) мин на кипящую водяную баню для подсушивания, при этом дно стаканчика должно находиться над паром. Подсушивание продукта проводят до получения разрыхленной массы при частом перемешивании стеклянной палочкой, используя для защиты рук теплостойкие перчатки. Стеклянная палочка остается в стаканчике до конца измерения.

7.6.3.2 Высушивание сухого плавленого сыра

Открытый стаканчик и помещенную рядом крышку высушивают в сушильном шкафу при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 30—40 мин. Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин, взвешивают и записывают результат с точностью до третьего десятичного знака. В подготовленный стаканчик помещают от 2,9 до 3,1 г сухого плавленого сыра и немедленно взвешивают с записью

результата с точностью до 0,0001 г. Пробу распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием стаканчика.

7.6.3.3 Открытый стаканчик с содержимым и крышку помещают в сушильный шкаф при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ на 2 ч, при этом конец резервуара установленного в шкафу термометра должен находиться на уровне стаканчика. По истечении 2 ч стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой и переносят в эксикатор, охлаждают в течение не менее 40 мин, взвешивают и записывают результат с точностью до третьего десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждый час сушки до постоянной массы.

Массу стаканчика с высушенной пробой считают постоянной, если разность между последующими взвешиваниями не превышает 0,001 г. При увеличении разности массы берут данные предыдущего взвешивания.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.6.4 Обработка результатов испытаний

7.6.4.1 Массовую долю влаги W_1 , %, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m_0}, \quad (3)$$

где m_1 — масса стаканчика с песком, стеклянной палочкой и продуктом до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с песком, стеклянной палочкой и продуктом после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_0 — масса стаканчика с песком и стеклянной палочкой, г.

П р и м е ч а н и е — При определении влаги в сухом продукте песок не используют.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.6.5.1).

7.6.4.2 Массовую долю сухого вещества C , %, вычисляют по формуле

$$C = 100 - W_1, \quad (4)$$

где W_1 — массовая доля влаги, %.

7.6.5 Метрологические характеристики метода

7.6.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух единичных определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать при доверительной вероятности $P = 0,95$:

0,2 % (абс.) для сыров и плавленых сыров, кроме сухих;

0,4 % (абс.) для сухих сыров и плавленых сыров.

7.6.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать при доверительной вероятности $P = 0,95$:

0,3 % (абс.) для сыров и плавленых сыров, кроме сухих;

0,6 % (абс.) для сухих сыров и плавленых сыров.

7.7 Определение массовой доли влаги и сухого вещества (ускоренный метод)

Метод применим при определении массовой доли влаги в диапазоне от 3,0 % до 70,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли влаги составляют $\pm 0,5$ % при $P = 0,95$.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы

Весы неавтоматического взвешивания по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,002$ г.

Прибор Чижовой или его функциональные аналоги.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры до 180 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336 с вставкой 2—175(230) по ГОСТ 9147.

Тигель низкий 3 по ГОСТ 9147.

Пергамент по ГОСТ 1341.

Бумага газетная по ГОСТ 6445 или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 марки Ф, или бумага потребительская.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМГ или другие гигроскопичные материалы.

Кобальт двуххлористый безводный.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

7.7.2 Подготовка к проведению испытаний

7.7.2.1 Подготовка пакетов

Для определения массовой доли влаги в продукте готовят пакеты из газетной, потребительской или фильтровальной бумаги и пергамент. Для приборов круглой формы лист бумаги размерами 150 × 150 мм складывают по диагонали и загибают края открытых двух сторон примерно на 15 мм. Для приборов прямоугольной формы лист бумаги размерами 200 × 140 мм складывают пополам и загибают края открытых трех сторон примерно на 15 мм. Затем бумажный пакет вкладывают в листок пергамент размером 150 × 150 мм (200 × 140 мм), края пергамент не загибают.

Готовые пакеты высушивают в приборе в течение 3 мин при той температуре, при которой должен высушиваться анализируемый продукт, после чего их охлаждают в эксикаторе в течение 3 мин.

Примечание — Подготовленное заранее необходимое количество пакетов хранят в эксикаторе не более 2 ч.

7.7.2.2 Подготовка силикагеля

Силикагель сушат в сушильном шкафу при температуре (165 ± 15) °С в течение 3—4 ч, охлаждают и помещают в эксикатор.

После заполнения силикагелем 2/3 нижней части корпуса эксикатора в эксикатор помещают вставку, в центральное отверстие которой устанавливают тигель, наполненный двуххлористым кобальтом массой 1—2 г, за цветом которого периодически наблюдают.

При изменении цвета двуххлористого кобальта от голубого до розового силикагель повторно сушат или заменяют на новый.

7.7.3 Проведение испытаний

Подготовленный пакет взвешивают и записывают результат с точностью до второго десятичного знака. Открыв бумажный пакет, вносят в него 4,9—5,1 г продукта, быстро распределяя его как можно ровнее по всей нижней поверхности, закрывают бумажный пакет по имеющимся сгибам на краях, снова взвешивают и записывают результат с точностью до второго десятичного знака.

Бумажный пакет с продуктом помещают в прибор между плитами, нагретыми до требуемой температуры, и выдерживают определенное время, указанное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование продукта	Масса пробы, г	Температура нагревания нижней плиты прибора, °С	Продолжительность выдержки, мин
Сыр полутвердый после прессования	$5,0 \pm 0,1$	160	6
Сыр полутвердый зрелый	$5,0 \pm 0,1$	155	7
Сыр мягкий или рассольный	$5,0 \pm 0,1$	155	6
Сыр с чеддеризацией и термомеханической обработкой сырной массы	$5,0 \pm 0,1$	155	7
Сыр плавленый: - ломтевой; - пастообразный и из творога; - сладкий и сладкий с вкусовыми компонентами	$5,0 \pm 0,1$	160	6
	$5,0 \pm 0,1$	160	4
	$5,0 \pm 0,1$	155	5
Сыры сухие	$4,0 \pm 0,1$	140	7

Пакеты с высушенными пробами охлаждают в эксикаторе 5 мин, взвешивают и записывают результат до второго десятичного знака.

П р и м е ч а н и е — При высушивании продукта массовой долей влаги более 60 % в начале сушки во избежание разрыва пакета верхнюю плиту прибора приподнимают под углом 10°—15° и удерживают в таком положении до прекращения обильного выделения паров, которое длится 20—30 с. Затем верхнюю плиту опускают и продолжают высушивание в течение времени, установленного для пробы анализируемого продукта.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.7.4 Обработка результатов испытаний

7.7.4.1 Массовую долю влаги, W_2 %, вычисляют по формуле

$$W_2 = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 100}{m}, \quad (5)$$

где m_3 — масса пакета с пробой продукта до высушивания, г;

m_4 — масса пакета с пробой продукта после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса пробы продукта, г.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.7.5.1).

7.7.4.2 Массовую долю сухого вещества C , %, вычисляют по формуле

$$C = 100 - W_2, \quad (6)$$

где W_2 — массовая доля влаги, %.

7.7.5 Метрологические характеристики метода

7.7.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,4 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.7.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать 0,7 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.8 Определение массовой доли жира

Определение массовой доли жира и массовой доли жира в пересчете на сухое вещество проводят кислотным методом.

Метод применим для определений массовой доли жира в диапазоне значений от 7,0 % до 39,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли жира составляют $\pm 0,8$ % при $P = 0,95$.

При возникновении разногласий в оценке качества продукта определение массовой доли жира и массовой доли жира в пересчете на сухое вещество проводят по ГОСТ Р 51457.

7.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более $\pm 0,6$ мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Центрифуга частотой вращения ротора (1300 ± 200) мин⁻¹ и подогревом.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 60 °С до 100 °С, отклонением от заданной температуры ± 2 °С или баня водяная для жирометров с нагревательным прибором.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерений температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.
Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481 типа АОН—1(2) диапазоном измерений плотности 700 — 1840 (1000 — 2000) кг/м³ и ценой деления шкалы 1 кг/м³.

Жиросомы 1—6(1—7) по ГОСТ 23094.

Прибор (дозатор) по ГОСТ 6859 для отмеривания серной кислоты вместимостью 10 см³ и для отмеривания изоамилового спирта вместимостью 1 см³.

Цилиндр 1(3)—31/265 по ГОСТ 18481 или 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-2—3000-50 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—1000-2 по ГОСТ 1770.

Пробки резиновые для жиросом.

Мел по ГОСТ 17498.

Штатив для жиросом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.8.2 Подготовка к проведению испытаний

7.8.2.1 Приготовление раствора серной кислоты плотностью (1525 ± 25) кг/м³

Измеряют плотность концентрированной серной кислоты. В коническую колбу вместимостью 3000 см³ вносят отмеренное количество дистиллированной воды, определенное по таблице 3. Колбу помещают в емкость с холодной водопроводной водой. Небольшими порциями вносят концентрированную серную кислоту объемом 1000 см³, перемешивая каждый раз содержимое колбы круговыми движениями. После охлаждения до температуры (20 ± 1) °С измеряют плотность раствора серной кислоты.

Срок хранения раствора в герметически закрытой посуде — не более 6 мес.

Таблица 3

Плотность концентрированной серной кислоты при 20 °С, кг/м ³	Объем воды, см ³ , который требуется добавить к 1000 см ³ концентрированной серной кислоты	Плотность концентрированной серной кислоты при 20 °С, кг/м ³	Объем воды, см ³ , который требуется добавить к 1000 см ³ концентрированной серной кислоты
1830	910	1833	950
1831	920	1834	960
1832	930	1835	980

7.8.3 Проведение испытаний

7.8.3.1 В два жиросома отвешивают по 1,50 г продукта и записывают результат с точностью до третьего десятичного знака. Затем в жиросомы дозатором приливают по 10 см³ раствора серной кислоты, доливают по (9 ± 1) см³ раствора серной кислоты так, чтобы уровень жидкости был ниже основания горловины жиросома на (5 ± 1) мм, добавляют дозатором по 1 см³ изоамилового спирта, закрывают сухой резиновой пробкой, вводя ее в горловину жиросома на половину высоты или немного больше.

Жиросомы встряхивают и помещают пробкой вверх в водяную баню температурой (65 ± 2) °С. Жиросомы выдерживают в водяной бане при частом встряхивании до полного растворения белка в течение (60 ± 10) мин.

Примечания

1 Перед закрытием жиросома рекомендуется на поверхность резиновых пробок наносить мел.

2 Допускается в случае неполного растворения белка в течение указанного времени при повторном определении жира устанавливать температуру водяной бани (73 ± 3) °С.

Жиросомы вынимают из бани и вставляют в стаканы центрифуги градуированной частью к центру, располагая их симметрично один против другого. Закрыв крышку центрифуги, жиросомы центрифугируют 5 мин. Затем жиросомы вынимают по одному из центрифуги и движением резиновой пробки регулируют столбик жира так, чтобы он находился в градуированной части жиросома. Жиросомы погружают

пробками вниз в водяную баню температурой $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$. Уровень воды в бане должен быть несколько выше уровня жира в жиромере. Через 5 мин жиромеры вынимают по одному из водяной бани и тотчас проводят отсчет жира. При отсчете жиромер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки вверх или вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на нулевом или ближайшем целом делении шкалы жиромера и от него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира с точностью до наименьшего деления шкалы жиромера. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным. При наличии кольца (пробки) буроватого или темно-желтого цвета, а также различных примесей в жировом столбике определение повторяют.

7.8.3.2 Определение массовой доли жира в сухом продукте

В два жиромера дозатором наливают по 10 см^3 серной кислоты, взвешивают по $1,50\text{ г}$ сухого продукта и записывают результат до третьего десятичного знака. Затем в жиромеры доливают по $(9 \pm 1)\text{ см}^3$ серной кислоты так, чтобы уровень жидкости был ниже основания горловины жиромера на $(5 \pm 1)\text{ мм}$, добавляют дозатором по 1 см^3 изоамилового спирта, закрывают резиновой пробкой.

Все дальнейшие операции проводят аналогично 7.8.3.1.

7.8.4 Обработка результатов испытаний

7.8.4.1 Массовую долю жира X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{P \cdot 11}{m}, \quad (7)$$

где P — число делений шкалы жиромера, заполненных жиром, %;

11 — масса продукта, используемая для градуировки жиромеров исполнения 1—6 и 1—7, г;

m — масса пробы продукта, г.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений массовой доли жира в продукте принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.8.5.1).

7.8.4.2 Массовую долю жира в пересчете на сухое вещество X_3 , %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{100 - W}, \quad (8)$$

где X_2 — массовая доля жира в продукте, %;

100 — коэффициент пересчета массовой доли жира на сухое вещество продукта;

W — массовая доля влаги в продукте W_1 или W_2 , определенная по 7.6 или 7.7, %.

7.8.5 Метрологические характеристики метода

7.8.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,7 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.8.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать 1,1 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.9 Определение массовой доли хлористого натрия (поваренной соли)

При возникновении разногласий в оценке качества продукта определение массовой доли хлористого натрия проводят по ГОСТ Р 54045 методом потенциометрического титрования или методом титрования осаждением.

Метод титрования осаждением применим для определений массовой доли хлористого натрия в диапазоне значений от 0,5 % до 10,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли хлористого натрия составляют $\pm 0,08\%$ при $P = 0,95$.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,03 мг, и погрешностью от нелинейности не более $\pm 0,06$ мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру до 160 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Секундомер ценой деления не более $\pm 0,2$ с.

Колба мерная 1(2)—1000—1(2) по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1(2)—100(250, 1000) ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)—1—2000 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—10(25, 50, 100, 500) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1—3—1—25—0,05 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1(2)—1(2)—1(2, 25) по ГОСТ 29228.

Воронки В—75(100)—80(110) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ—14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Капельницы 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 6 и 30 см.

Сетка асбестовая диаметром 130 мм (160 × 160 мм).

Перчатки или напальчники из замши теплостойкие.

Шкаф вытяжной лабораторный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Серебро азотнокислое стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067.

Аммоний роданистый стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139.

Калий роданистый стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Аммоний-железо(III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоммонийные).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Глюкоза по ГОСТ 975.

Водорода перекись по ГОСТ 177 массовой долей 30 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.9.2 Подготовка к проведению испытаний**7.9.2.1 Приготовление раствора хромовокислого калия массовой долей 10 %**

10,0 г хромовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 90 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения.

Срок хранения раствора в плотно закрытой полиэтиленовой посуде в затемненном месте — не более 3 мес.

7.9.2.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³

17,00 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляя 300—400 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в затемненном месте — не более 3 мес.

7.9.2.3 Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают около 0,130 г хлористого натрия, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого знака. Вносят 25 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, добавляют 3—4 капли раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном помешивании до изменения окраски от лимонной до слабо-оранжево-коричневой, устойчивой в течение 30 с.

Примечание — Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра устанавливают по трем массам хлористого натрия.

Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³ K_1 рассчитывают по формуле

$$K_1 = \frac{m_5 \cdot 1000}{58,443 \cdot c_1 \cdot V_1}, \quad (9)$$

где m_5 — масса хлористого натрия, г;

1000 — коэффициент пересчета дм³ в см³;

58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

c_1 — заданная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, равная 0,1 моль/дм³.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой массе хлористого натрия. Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,0010.

За окончательный результат определений коэффициента поправки принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений с последующим округлением до третьего десятичного знака.

Примечание — Допускается готовить раствор азотнокислого серебра, используя стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

7.9.2.4 Приготовление раствора марганцовокислого калия массовой долей 3 %

3,0 г марганцовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, вносят 97 см³ горячей дистиллированной воды, перемешивают круговыми движениями до полного растворения, охлаждают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в холодильнике — не более 6 мес.

7.9.2.5 Приготовление раствора перекиси водорода массовой долей 3 %

9 см³ (10,00 г) раствора перекиси водорода массовой долей 30 % смешивают с 90 см³ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте — не более 3 мес.

7.9.2.6 Приготовление раствора азотной кислоты массовой долей 25 %, не содержащей окислов азота

306 см³ концентрированной азотной кислоты плотностью 1400 кг/дм³ переносят в коническую колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 694 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

К приготовленному раствору азотной кислоты прибавляют по каплям при перемешивании раствор марганцовокислого калия массовой долей 3 % до интенсивного окрашивания, которое устраняют прибавлением по каплям раствора перекиси водорода.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.9.2.7 Приготовление насыщенного раствора железоммонийных квасцов

50 г железоммонийных квасцов помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор охлаждают, поместив колбу в емкость с холодной водой. Образовавшиеся кристаллы отделяют фильтрованием через бумажный фильтр. К полученному раствору при перемешивании добавляют по каплям концентрированную азотную кислоту до момента прекращения изменения окраски.

7.9.2.8 Приготовление раствора роданистого аммония молярной концентрации 0,1 моль/дм³

7,60 — 8,00 г роданистого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла — не более 6 мес.

7.9.2.9 Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония

15—20 см³ раствора азотнокислого серебра, отмеренного бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты массовой долей 25 %, 0,5 см³ насыщенного раствора железозамонийных квасцов и титруют раствором роданистого аммония, приливая его небольшими порциями при постоянном перемешивании до появления не исчезающей красно-коричневой окраски.

Коэффициент поправки к раствору роданистого аммония K_2 рассчитывают по формуле

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3}, \quad (10)$$

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³, на титрование, см³;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра, определенный по 7.9.2.3;

V_3 — объем раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование, см³.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,0010.

За окончательный результат определений коэффициента поправки принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений с последующим округлением до третьего десятичного знака.

Примечание — Допускается готовить раствор роданистого аммония, используя стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

7.9.2.10 Приготовление раствора роданистого калия точной молярной концентрации 0,1 моль/дм³

9,7176 г роданистого калия, предварительно высушенного при 150 °С до постоянной массы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла — не более 6 мес.

Примечание — Допускается готовить раствор роданистого калия, используя стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

7.9.2.11 Приготовление насыщенного раствора марганцовокислого калия

В стакане вместимостью 2000 см³ в 1000 см³ кипящей дистиллированной воды растворяют 75 г марганцовокислого калия, раствор тщательно перемешивают стеклянной палочкой и охлаждают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в холодильнике — не более 6 мес.

7.9.2.12 Приготовление раствора щавелевой кислоты (или глюкозы)

В конической колбе вместимостью 1000 см³ в 500 см³ дистиллированной воды растворяют 50 г щавелевой кислоты (или глюкозы), раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в затемненном месте — не более 1 мес.

7.9.2.13 Подготовка пробы сухого продукта

10,0 г сухого продукта, подготовленного по 5.5.6, восстанавливают 40 см³ дистиллированной водой температурой (65 ± 5) °С.

7.9.2.14 Подготовка контрольной пробы

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 2 см³ дистиллированной воды вместо пробы продукта. Все дальнейшие операции проводят аналогично операциям, осуществляемым с пробой продукта по 7.9.3.

Число повторностей контрольной пробы — не менее двух.

7.9.2.15 Выбор массы пробы для анализа

В зависимости от предполагаемой массовой доли хлористого натрия в продукте уточняют массу пробы для анализа в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Предполагаемая массовая доля хлористого натрия в продукте, %	Масса пробы для анализа, г
От 0,5 до 4,0	1,8 — 2,2
От 5,0 до 8,0	1,2 — 1,5
От 8,0 до 10,0 включ.	1,0 — 1,2

Примечание — Масса пробы сухого продукта, подготовленного по 7.9.2.13, составляет 1,8—2,2 г.

7.9.3 Проведение испытаний

Пробу продукта массой, определенной согласно 7.9.2.15, взвешивают в стаканчике для взвешивания с вложенной в него стеклянной палочкой. С помощью стеклянной палочки продукт переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Пустой стаканчик со стеклянной палочкой вновь взвешивают и по разнице определяют массу пробы. Результат записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Затем пипеткой вносят 25 см³ раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³. Добавляют цилиндром 25 см³ концентрированной азотной кислоты и перемешивают смесь круговыми движениями. Колбу помещают на предварительно разогретую электроплитку на асбестовую сетку и содержимое колбы доводят до кипения.

Колбу снимают с электроплитки и сразу же добавляют 10 см³ насыщенного раствора марганцовокислого калия. Затем снова помещают колбу на электроплитку и поддерживают смесь в слабокипящем состоянии, наблюдая за изменением окраски смеси.

Если реагирующая смесь изменяет окраску от темно-коричневой до светло-желтой или бесцветной, то добавляют еще марганцовокислого калия объемом от 5 до 10 см³. Наличие излишнего количества марганцовокислого калия (темно-коричневая окраска смеси) показывает, что произошло полное разложение органического вещества пробы. Удаляют избыточное количество марганцовокислого калия, добавляя по каплям раствор щавелевой кислоты (или глюкозы) до исчезновения коричневой окраски.

Затем в колбу добавляют 100 см³ дистиллированной воды, 2 см³ насыщенного раствора железо-аммонийных квасцов, тщательно перемешивают и титруют раствором роданистого аммония (калия) до появления слабого красновато-коричневого окрашивания, устойчивого в течение 30 с.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.9.4 Обработка результатов испытаний

Массовую долю хлористого натрия (поваренной соли) X_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V_4 - V_5) \cdot c_2 \cdot K_2 \cdot 58,443 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (11)$$

где V_4 — объем раствора роданистого аммония (калия), израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

V_5 — объем раствора роданистого аммония (калия), израсходованный на титрование анализируемой пробы продукта, см³;

c_2 — молярная концентрация роданистого аммония (калия), равная 0,1 моль/дм³;

K_2 — коэффициент поправки раствора роданистого аммония, определенный по 7.9.2.9;

58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса пробы продукта, г;

1000 — коэффициент пересчета дм³ в см³.

При вычислении массовой доли хлористого натрия (поваренной соли) в сухом продукте в формуле (11) в числитель добавляют фактор разбавления пробы, равный 5.

Вычисления результатов единичных определений проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли хлористого натрия в сыре принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.9.5.1).

7.9.5 Метрологические характеристики метода

7.9.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,08 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.9.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать 0,12 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.10 Определение массовой доли хлористого натрия (ускоренный метод)

Метод применим для определений массовой доли хлористого натрия в диапазоне значений от 1,0 % до 8,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли хлористого натрия составляют $\pm 0,2$ % при $P = 0,95$.

7.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы со значением СКО, не превышающим 0,03 мг, и погрешностью от нелинейности не более $\pm 0,06$ мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру до 130 °С, отклонением от заданной температуры ± 5 °С.

Секундомер ценой деления не более $\pm 0,2$ с.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, с терморегулятором.

Ступка 3 с пестиком 1(2) по ГОСТ 9147.

Колба мерная 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1(2)—100(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25(50, 100)—2 по ГОСТ 1770.

Воронки В—75(100)—80(110) по ГОСТ 25336.

Бюретка 1—3—1(2)—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1(2)—1(2)—1 по ГОСТ 29228.

Стаканчик для взвешивания СВ—14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Капельницы 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не более 6 см.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Серебро азотнокислое стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.10.2 Подготовка к проведению испытаний

7.10.2.1 Приготовление раствора хромовокислого калия массовой долей 10 %

10,0 г хромовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 90 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде в затемненном месте — не более 3 мес.

7.10.2.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³

17,00 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляя 300—400 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла в затемненном месте — не более 3 мес.

7.10.2.3 Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 100 см³ взвешивают около 0,130 г хлористого натрия и записывают результат с точностью до четвертого знака. Вносят 25 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, добавляют 3—4 капли раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном помешивании до изменения окраски от лимонной до слабооранжево-коричневой, устойчивой в течение 30 с.

П р и м е ч а н и е — Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра устанавливают по трем массам хлористого натрия.

Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³ K_3 рассчитывают по формуле

$$K_3 = \frac{m_6 \cdot 1000}{58,443 \cdot c_3 \cdot V_6}, \quad (12)$$

где m_6 — масса хлористого натрия, г;

1000 — коэффициент пересчета дм³ в см³;

58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

c_3 — заданная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, равная 0,1 моль/дм³;

V_6 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой массе хлористого натрия. Расхождение между коэффициентами не должно превышать 0,0010.

За окончательный результат определений коэффициента поправки принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений с последующим округлением до третьего десятичного знака.

П р и м е ч а н и е — Допускается готовить раствор азотнокислого серебра, используя стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

7.10.3 Проведение испытаний

В стаканчике с вложенной в него стеклянной палочкой взвешивают 0,90—1,10 г продукта. С помощью стеклянной палочки переносят продукт в ступку. Пустой стаканчик со стеклянной палочкой вновь взвешивают и по разнице определяют массу пробы. Результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Вносят в ступку небольшими порциями дистиллированную воду температурой $(45 \pm 5)^\circ\text{C}$, каждый раз тщательно растирая пробу пестиком. Полученную суспензию количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³. Ступку и пестик несколько раз тщательно смывают дистиллированной водой, сливая ее в ту же колбу. Общий объем дистиллированной воды составляет 50 см³.

К содержимому колбы добавляют 1 см³ раствора хромовокислого калия и тщательно перемешивают. Затем титруют раствором азотнокислого серебра при непрерывном перемешивании, наблюдая переход окраски лимонно-желтого цвета в оранжевый, устойчивый в течение 30 с.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.10.4 Обработка результатов испытаний

Массовую долю хлористого натрия (поваренной соли) X_5 , %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{58,443 \cdot V_7 \cdot c_4 \cdot K_3 \cdot 100}{m \cdot 1000} - 0,4, \quad (13)$$

где 58,443 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

V_7 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование анализируемой пробы продукта, см³;

c_4 — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, равная 0,1 моль/дм³;

K_3 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра, определенный по 7.10.2.3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса пробы продукта, г;

1000 — коэффициент пересчета дм³ в см³;

0,4 — эмпирически найденная поправка, %.

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли хлористого натрия принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.10.5.1).

7.10.5 Метрологические характеристики метода

7.10.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,2 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.10.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать 0,3 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.11 Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

Определение массовой доли хлористого натрия при оперативном производственном контроле сыров — по ГОСТ Р 54076.

7.12 Определение массовой доли сахарозы в продуктах с сахаром

Определение массовой доли сахарозы проводят поляриметрическим методом.

Метод применим для определений массовой доли сахарозы в диапазоне значений от 5,0 % до 32,0 %.

Границы абсолютной погрешности результатов определений массовой доли сахарозы составляют $\pm 0,6$ % при $P = 0,95$.

При возникновении разногласий в оценке качества продукта определение массовой доли сахарозы проводят ферментативным методом по ГОСТ Р 51258.

7.12.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Сахариметр с международной сахарной шкалой типа СУ-4, имеющий поляриметрические кюветы рабочей длиной 400 мм и обеспечивающий измерение в международных сахарных градусах при длине волны $\lambda = 589,3$ нм с погрешностью $\pm 0,05$ °S.

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более $\pm 0,6$ мг по документам изготовителя и весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °C до 100 °C и ценой деления шкалы 1 °C по ГОСТ 28498.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 50 °C до 100 °C, отклонением от заданной температуры ± 5 °C.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 с терморегулятором.

Колбы мерные 1(2)—100(200,500)—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн—1(2)—250(500)—24/29 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В—1(2)—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—10(25,50,500)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2, 3)—1(2)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Воронки В—56(100)—80(150) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ—14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 марки Ф или ФС или фильтры обеззоленные (синяя лента).

Палочки стеклянные оплавленные длиной от 15 до 20 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Кислота уксусная концентрированная или ледяная по ГОСТ 61.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

7.12.2 Подготовка к проведению испытаний

7.12.2.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм³

150,0 г уксуснокислого цинка растворяют в (300 ± 50) см³ дистиллированной воды при нагревании в водяной бане температурой 60 °С в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор охлаждают и вносят 12,75 см³ ледяной уксусной кислоты или 22,5 см³ концентрированной уксусной кислоты. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из темного стекла — не более 6 мес.

7.12.2.2 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм³

75,0 г железистосинеродистого калия растворяют в (250 ± 50) см³ дистиллированной воды при нагревании в водяной бане температурой 50 °С в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора в холодильнике — не более 1 мес.

7.12.3 Проведение испытаний

26,00 г продукта с сахаром взвешивают и записывают результат с точностью до третьего десятичного знака. Продукт помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 20—30 см³ дистиллированной воды температурой (55 ± 5) °С. Продукт тщательно растирают стеклянной палочкой и переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 200 см³. Растирание пробы с дистиллированной водой повторяют 2—3 раза до полного растворения продукта, затем стакан несколько раз обмывают небольшими порциями дистиллированной воды температурой (55 ± 5) °С, которые также сливают в мерную колбу, при этом объем жидкости не должен превышать 2/3 объема колбы.

Колбу помещают в водяную баню, нагретую до 60 °С, и при этой температуре, периодически помешивая, выдерживают 10 мин. Колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры водопроводной водой. Вносят по 6 см³ раствора уксуснокислого цинка и раствора железистосинеродистого калия, перемешивая после внесения каждого реактива, не допуская образования пузырьков воздуха. Выдерживают 10 мин при комнатной температуре, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр в коническую колбу вместимостью 500 см³.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают цилиндром 50 см³ фильтрата, добавляют 0,8 г оксида кальция. Колбу помещают в кипящую водяную баню, при постоянном перемешивании круговыми движениями нагревают в течение 5 мин, затем охлаждают водопроводной водой до комнатной температуры. В колбу вносят 3 см³ концентрированной уксусной кислоты или 2 см³ ледяной уксусной кислоты, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Примечание — Допускается наличие осадка оксида кальция после добавления к раствору уксусной кислоты.

Фильтратом заполняют поляриметрическую кювету рабочей длиной 400 мм, поляризуют без светового фильтра и проводят не менее трех отсчетов по шкале сахариметра. Вычисляют среднеарифметическое значение показаний сахариметра, вычисление проводят до второго десятичного знака.

Примечание — Перед заполнением поляриметрическую кювету ополаскивают не менее двух раз испытуемым фильтратом.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.12.4 Обработка результатов испытаний

Массовую долю сахарозы X_6 , %, вычисляют по формуле

$$X_6 = 2 \cdot P \cdot K_4, \quad (14)$$

где 2 — коэффициент перевода показаний сахариметра в значение массовой доли сахарозы, %/град;

P — показание сахариметра, град;

K_4 — поправка на объем осадка, см³/см³.

Поправки K_4 для продуктов с сахаром:

- 1,200	—	продукт	массовой	долей	сахарозы	5,0 %;
- 1,109	—	»	»	»	»	9,0 %;
- 0,995	—	»	»	»	»	16,0 %;
- 0,986	—	»	»	»	»	18,0 %;
- 0,980	—	»	»	»	»	20,0 %;
- 0,970	—	»	»	»	»	23,0 %;
- 0,968	—	»	»	»	»	25,0 %;
- 0,960	—	»	»	»	»	30,0 %.

П р и м е ч а н и е — В интервалах между указанными уровнями значений массовой доли сахарозы допускается линейная интерполяция значений поправки K_4 .

Вычисления результатов единичных определений проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определений массовой доли сахарозы в продуктах с сахаром принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (7.12.5.1).

7.12.5 Метрологические характеристики метода

7.12.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение r между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одних и тех же средствах измерения и оборудовании, за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,3 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.12.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение R между результатами двух единичных определений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичном анализируемом продукте, разными операторами, с использованием различных средств измерения и оборудования, не должно превышать 0,8 % (абс.) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.13 Определение массовой доли белка

Определение массовой доли белка — по ГОСТ Р 54662.

7.14 Определение массовой доли бенз(а)пирена

Определение массовой доли бенз(а)пирена в копченых продуктах — по ГОСТ Р 51650.

7.15 Определение pH

Определение pH — по ГОСТ Р 53359.

7.16 Установление фальсификации жировой фазы жирами немолочного происхождения

Фальсификацию жировой фазы сыров и плавленых сыров жирами немолочного происхождения устанавливают по ГОСТ Р 51471 со следующими дополнениями.

7.16.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные диапазоном измерения температуры от 0 °C до 100 °C и ценой деления шкалы 1 °C по ГОСТ 28498.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру до 90 °C, отклонением от заданной температуры ± 2 °C.

Часы с таймером по ГОСТ 27752 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией.

Ступка 5(6) с пестиком 3(4) по ГОСТ 9147.

Стаканы Н—1(2)—400(600) ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В—100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не менее 20 см.
 Перчатки или напальчники из замши теплостойкие.
 Шкаф вытяжной лабораторный.
 Эфир петролейный температурой кипения 40,0 °С—70,0 °С.
 Серноокислый натрий по ГОСТ 4166.

7.16.2 Отбор проб

В зависимости от консистенции лабораторную пробу продукта измельчают, используя измельчающее устройство, или металлическую бытовую терку с мелкой перфорацией, или ступку с пестиком.

7.16.3 Подготовка к проведению измерения

7.16.3.1 Экстрагирование жира из сыра

В зависимости от массовой доли жира в пересчете на сухое вещество 50 %, 45 %, 40 % и 30 % из подготовленной лабораторной пробы сыра отбирают пробу для анализа массой 35, 40, 45 и 55 г соответственно, которую помещают в стакан вместимостью 400 (600) см³.

В стакан с содержимым добавляют серноокислый натрий, массу которого m_7 , г, рассчитывают по формуле

$$m_7 = \frac{W_3 \cdot m \cdot K_5}{100} + 3, \quad (15)$$

где W_3 — массовая доля влаги в сыре, регламентируемая нормативным или техническим документом, %;

m — масса пробы сыра, г;

K_5 — коэффициент, характеризующий водопоглощающую способность серноокислого натрия, равный 1,3;

3 — масса серноокислого натрия, необходимая для полноты обезвоживания продукта, г.

Содержимое стакана тщательно перемешивают стеклянной палочкой и выдерживают пробу при комнатной температуре от 3 до 12 ч. После чего добавляют петролейный эфир из расчета 4 см³ на 1 г пробы. Стакан помещают в водяную баню температурой (50 ± 5) °С и выдерживают в течение 30 мин, периодически помешивая содержимое стакана стеклянной палочкой.

Полученную суспензию фильтруют в стакан вместимостью 400 (600) см³ через сухой складчатый фильтр. Осадок в стакане промывают петролейным эфиром объемом 30 см³ и фильтруют в тот же стакан.

Стакан помещают на водяную баню температурой (65 ± 5) °С, выдерживают в течение 2 ч, доводят температуру бани до (80 ± 5) °С и продолжают выпаривание еще 2 ч. Затем жировую фазу сыра охлаждают до комнатной температуры.

Экстрагирование проводят не менее 3 раз с целью получения 15 г жира.

7.16.3.2 Экстрагирование жира из плавленого сыра

В зависимости от массовой доли жира в пересчете на сухое вещество 60 %, 55 %, 50 %, 45 % и 40 % из подготовленной лабораторной пробы плавленого сыра отбирают пробу для анализа массой 25, 30, 35, 40 и 45 г соответственно, которую помещают в стакан вместимостью 400 (600) см³.

В стакан с пробой плавленого сыра добавляют этиловый спирт из расчета 1 см³ на 1 г плавленого сыра, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, помещают на водяную баню температурой (80 ± 5) °С и выдерживают в течение 1,5—2 ч при периодическом перемешивании.

К полученной суспензии добавляют серноокислый натрий, массу которого рассчитывают по формуле (15).

Все дальнейшие операции проводят аналогично 7.16.3.1.

7.16.4 Испытания выделенной пробы жира проводят по ГОСТ Р 51471 (пункты 5.1.8 — 5.1.11, разделы 6—8).

8 Оформление результатов испытаний

Результат испытаний в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{A} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95,$$

где $\bar{A}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, признанных приемлемыми, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %.

9 Контроль точности результатов испытаний

9.1 Проверка приемлемости результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовых долей сухого вещества и жира в продуктах сыроделия, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|A_1 - A_2| \leq r, \quad (16)$$

где A_1, A_2 — значения двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, %;
 r — предел повторяемости при $P = 0,95$, %.

Если условие (16) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

9.2 Проверка приемлемости результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (два параллельных определения, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие

$$|A'_1, A'_2| \leq R, \quad (17)$$

где A'_1, A'_2 — значения двух параллельных определений, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости при $P = 0,95$, %.

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками и приборами — по ГОСТ Р 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

10.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению анализа допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж и освоивших методы в процессе обучения.

Библиография

- [1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»
- [2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки»
- [3] СанПиН 2.1.4.1074—01 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

УДК 637.3.07.(08):006.354

ОКС 67.100.30

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сыры, плавленые сыры, правила приемки, партия, отбор проб, подготовка проб, температура, масса нетто, методы контроля, массовая доля влаги, массовая доля сухого вещества, массовая доля жира, массовая доля жира в пересчете на сухое вещество, массовая доля хлористого натрия (поваренной соли), массовая доля сахарозы, массовая доля бенз(а)пирена, фальсификация жировой фазы, обработка результатов, предел повторяемости, предел воспроизводимости, точность, оформление результатов испытаний, контроль точности результатов испытаний, требования безопасности, квалификация оператора

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепкова*

Сдано в набор 29.07.2013. Подписано в печать 30.10.2013. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 2,89. Тираж 173 экз. Зак. 1253.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.