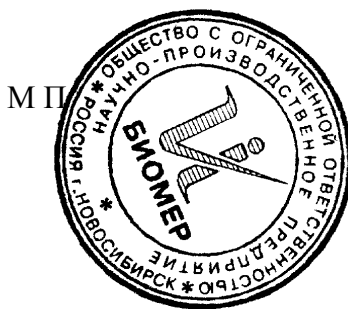


ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

Группа П63
ОКП 42 1540 7



УТВЕРЖДАЮ
Директор ООО НПП «БИОМЕР»

А.А. Мищенко

" 17 " 08 2010г.

**Методика выполнения измерений
казеина и показателей сыворотки молока на ультразвуковом
анализаторе «Клевер-2М»**

МВИ.2007.24.01/2/К



НОВОСИБИРСК

20010

РАЗРАБОТАНА: ООО НПП «БИОМЕР»

ИСПОЛНИТЕЛИ: Селезнева Н.В., Мищенко А.А.

© Настоящая рекомендация не может быть издана, тиражирована и (или) распространена без разрешения ООО НПП «БИОМЕР»

1 НАЗНАЧЕНИЕ, ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ И НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой доли жира и сухих веществ (СОМО) в молочной сыворотке и массовой казеина в молоке и молочных продуктах на анализаторе молока «Клевер-2М».

Для казеина методика распространяется на заготавливаемое сырье, цельное, нормализованное и обезжиренное молоко. Методика не распространяется на другие продукты кроме перечисленных.

Для показателей сыворотки, см. Раздел 2.

Методика может использоваться при приемке молока, производстве и контроле качества молочных продуктов.

Измерения выполняются методом, в основе которого лежит измерение характеристик ультразвука в молоке и «сыворотке»¹ приготовленной из данного молока (или молочного продукта). Коэффициенты связи параметров сыворотки и собственно молочного продукта с характеристиками ультразвука определяются при градуировке прибора по образцам объектов с известными значениями количественных характеристик продукта.

Перед выполнением анализа проба сыворотки должна быть подготовлена к измерению в соответствии с данной МВИ.

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026-76. Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 29169-91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

ГОСТ 26809-86. Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб их к анализу.

¹ термин сыворотка здесь и далее относится только к продукту, приготовленному согласно разделу 7.3

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для измерения казеина диапазоны измерений, границы погрешности результатов измерений Δ для $P=0,95$ и внутрилабораторные характеристики прецизионности (стандартное отклонение воспроизводимости σ_R и стандартное отклонение повторяемости σ_r) приведены в Таблице 1.

Таблица 1.

Показатель	Диапазон	Граница погрешности, Δ	Стандартное отклонение повторяемости σ_r	Стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R
Массовая доля казеина, %	1,5 - 4,5	0,07	0,03	0,08

Диапазоны измерений и характеристики прецизионности при измерении показателей сыворотки, устанавливаются индивидуально для конкретного продукта пользователя.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

3.1 Анализатор молока и молочных продуктов “Клевер-2М” по ТУ 4215-007-45455637-06.

3.2 Термометр ртутный стеклянный, диапазон измерения от 0 до 100°C, цена деления 1°C по ГОСТ 28498-90.

3.3. Баня водяная по ТУ 46-22-603.

3.4. Весы лабораторные технические общего назначения с НПВ 500г с ценой поверочного деления не более 0,01г ГОСТ 24104-01.

3.5. Колбы типа КН-1-250-29/32 исполнения 2 ГОСТ 25336

3.6. Стаканы типа В или Н ГОСТ 25336

3.7. Пробки резиновые 29/32 ГОСТ 1852-86

3.8. Фильтровальный полиэфирный материал арт.86030/168 Т/О, ТУ8388-019-00327600-2006

3.9. Бумага фильтровальная лабораторная, ГОСТ12026-76

3.10. Кислота уксусная «ледяная», «хч» ГОСТ61-75

- 3.11. Натрий уксуснокислый 3-водный, «хч», ГОСТ 199-78
- 3.12. Вода дистиллированная ГОСТ 6709
- 3.13. Пипетка Мора на 100 мл ГОСТ 29169-91
- 3.14. Пипетка емк. 25мл ГОСТ 29227-91
- 3.15. Жидкое средство для мытья посуды бытовое.
- 3.16. Воронка В-25-38 ХС ГОСТ 25336

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

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

При выполнении измерений с использованием анализатора молока «Клевер-2М» должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации данного прибора, а также правила по технике безопасности при работе в лаборатории.

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

6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в Таблице 2

Т а б л и ц а 2

6.2 Измерения проводят при отсутствии внешних электрических и магнитных полей, а также вибрации, влияющей на работу анализатора.

7 ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Диапазон допускаемых значений
Массовая доля казеина	Температура окружающего воздуха	от +10°C до +35°C
	Температура измеряемого объекта	от +10°C до +35°C
	Напряжение в сети	от 187 до 250 В
	Относительная влажность воздуха	до 80% при 35°C
	Атмосферное давление	от 84 до 106 кПа

7.1 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1.1 Отбор проб, их хранение и подготовку к анализу проводят по ГОСТ 26809-86. Консервирование проб не допускается.

7.1.2. Контрольные пробы хранят не более 4-х часов

7.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОБ

7.2.1 **Подготовка пробы молока.** При наличии слоя отстоявшихся сливок продукт нагревают в водяной бане до температуры $(45\pm 5)^\circ\text{C}$ и тщательно перемешивают путем переливания из сосуда в сосуд (не менее трех раз). Затем пробу охлаждают до температуры $(22\pm 4)^\circ\text{C}$. После этого пробу используют для приготовления сыворотки.

7.2.2 **Подготовка пробы обезжиренного молока.** При наличии слоя отстоявшихся сливок поступают аналогично п. 7.2.1. При наличии мелких включений и частиц объект фильтруют через указанный в Разделе 3 фильтровальный материал. После этого пробу используют для приготовления сыворотки.

7.2.3 **Подготовка пробы пахты, подсырной и твороженной сыворотки и продуктов аналогичного состава.** При наличии слоя отстоявшихся сливок поступают аналогично п. 7.2.1. При наличии крупных включений и частиц объект фильтруют через указанный в Разделе 3 фильтровальный материал.

7.3 ПРИГОТОВЛЕНИЕ СЫВОРОТКИ

7.3.1. Для осаждения казеина в методике используются специально приготовленные² «10% водный раствор уксусной кислоты» и «1Н водный раствор натрия уксуснокислого 3-х водного», далее обозначенные как Реактив 1 и Реактив 2.

7.3.2 Осаждение казеина.

В сухую колбу 250мл взвешивают 100г молока (обезжиренного молока), или при объемном дозировании добавляют пипеткой Мора 100мл молока. Закрывают резиновой пробкой и помещают в водяную баню, нагретую до 40⁰С таким образом, чтобы вода в бане полностью покрывала содержимое колбы. Выдерживают колбу в бане в течение 10-20минут в зависимости от первоначальной температуры пробы.

По окончании выдержки открывают пробку добавляют 10г предварительно взвешенного (или приливают 10 мл) Реактива 1 и тщательно перемешивают содержимое колбы быстрым круговым вращением не менее 30 секунд до образования устойчивого сгустка. Вновь закрывают колбу пробкой, и продолжают выдержку на водяной бане в течение 5 минут.

По окончании выдержки вынимают колбу из водяной бани, открывают пробку и добавляют 10г предварительно взвешенного (или приливают 10,4 мл) Реактива 2 и вновь тщательно перемешивают быстрым круговым вращением содержимое колбы.

Затем, охлаждают содержимое до комнатной температуры и фильтруют через слой фильтровального материала.

Полученную сыворотку выдерживают перед измерением 5-10 минут.

Для каждой пробы рекомендуется проводить два параллельных определения.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1 Анализатор подготавливают к работе согласно требованиям, приведенным в Руководстве по эксплуатации РЭ 2007.24.02\2 (Клевер-2М).

8.2 Установление градуировочных характеристик проводят согласно указаниям, приведенным в указанных руководствах по эксплуатации.

По умолчанию на вашем приборе заводская градуировка для использования данной методики это Градуировка 6 Пахта\Казеин. Необходимо помнить, что для анализа определенного молочного продукта, необходимо иметь соответствующую градуировку, выполненную для этого продукта.

Режим 2 Градуировки 6 предназначен для анализа казеина в молоке и обезжиренном молоке. При анализе других объектов следует проконсультироваться на заводе-изготовителе. Режим 1 Градуировки 6

² Реактивы должны приготавливаться специализированными лабораториями.

предназначен для анализа сыворотки полученной по МВИ.2007.24.01/2. Для анализа сывороток состава резко отличного от указанного пользователю следует провести собственную градуировку прибора на данных продукт.

8.3. Перед выполнением измерений проводят контроль работоспособности прибора в Режиме 1 (Градуировка 1, Режим 1). Для этого проводят три измерения дистиллированной воды. Контрольным является третье измерение дистиллированной воды. Подробнее процедура описана в Руководстве по эксплуатации.

При неудовлетворительном результате контроля проводят промывку измерительной ячейки и пробоприемника анализатора моющим раствором в соответствии с Руководством по эксплуатации и контроль повторяют. Если после выполнения промывки результат остается неудовлетворительным, проводится коррекция нулей прибора, согласно указанного Руководства.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 При проведении измерений выполняют операции, приведенные в разделе «Выполнение измерений» указанных Руководств по эксплуатации.

При выполнении измерений выполняют операции и соблюдают условия, приведенные в соответствующем разделе руководства по эксплуатации.

9.2 Промыть измерительную камеру приготовленной пробой (или сывороткой пробы, при проведении измерения в Режиме 2), для чего залить пробу в анализатор и, не начиная измерение (через 3-5 секунд) слить образец из анализатора.

Далее в пробоприемник анализатора наливают (20 ± 3) см³ продукта (или сыворотки), подготовленной в соответствии с разделом 7.3. После завершения измерения, анализатор выдает полученные результаты либо индицирует необходимость дальнейшей заливки соответствующего образца, в этом случае пробу сливают, и дождавшись индикации соответствующей надписи меню прибора, наливают такое же количество образца, подготовленного в соответствии с разделом 7.2.

9.3 После завершения измерения последовательно фиксируют соответствующие показания анализатора.

9.4 Выполняют в условиях повторяемости процедуры п.9.1-9.3, получают результаты X_1 и X_2 ..

Сравнивают полученное расхождение между результатами по абсолютной величине с пределом повторяемости r для измеряемого показателя из таблицы 1.

$$|X_1 - X_2| \leq r \quad (1)$$

Если неравенство (1) выполняется, то результаты X_1 и X_2 считают приемлемыми и за результат измерения принимают среднее значение \bar{X} , вычисленное по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \quad (2)$$

9.5 В противном случае результаты бракуют и повторяют процедуру измерения в соответствии с п. 9.1-9.3.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Форма протокола результатов измерений.

N пробы заказчика	Наименование пробы	Определяемый показатель	Результат измерения	Предел допускаемой погрешности
1	2	3	4	5

ПРОТОКОЛ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ №

Измерения

_____ (наименование объекта)

выполнены по заказу

_____ (наименование и адрес заказчика)

в соответствии с МВИ 2007.24.01/2/К на анализаторе «Клевер-2М»

При проведении измерений получены результаты, приведенные в таблице:

Приведенные результаты измерений справедливы для проб, приведенных в таблице. Распространять их на группу подобных проб не допускается.

Полная или частичная перепечатка протокола без разрешения руководителя Испытательной лаборатории не допускается.

Зав. испытательной лаборатории

Ф.И.О.

М.П.

Оператор

Ф.И.О.