

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1. МЕТОДИКИ

1. Определение плотности молока

1.1. Общие положения

Под плотностью молока подразумевается соотношение между массой определенного объема молока при температуре 20 °С и массой того же самого объема дистиллированной воды при температуре 4 °С.

Плотность не может служить самостоятельно как контрольный показатель при окачествлении. Пользуясь плотностью можно установить ориентировочным образом сухое вещество и СОМО.

1.2. Взятие и подготовка проб для анализа

Взятие проб из молока и других молочных производных и их подготовка для анализа делается в соответствии с Приложениями № 1 и № 2.

Плотность молока определяется не раньше 2 (двух) часов после его дойки; в этот момент у молока должна быть температура с 10 до 25 °С.

До определения плотности молоко размешивается хорошо. Чтобы избежать образования пены, молоко надо внимательно наливать по стенкам цилиндра, которого следует держать слегка наклоненным.

До отсчитывания цилиндр с молоком ставится на горизонтальную поверхность с таким положением к свету, которое обеспечило бы четкую видимость лактоденсиметрических градусов и температуры на шкале.

1.3. Принцип метода.

Определение плотности молока делается при помощи ареометра, называемого еще лактоденсиметром (измеритель густоты молока) и выражается числом, представляющим лактоденсиметрические градусы, уменьшенные в 1000 раз, или просто лактоденсиметрические градусы.

1.4. Необходимые уреды и реактивы

- Ареометр (лактоденсиметр, молокомер);
- Цилиндр - с внутренним диаметром, не меньше 5 см., и длиной, соответствующей размерам лактоденсиметра;
- Аммиак с предварительно определенной относительной плотностью.

1.5. Проведение определения:

Совершенно сухой и чистый лактоденсиметр медленно погружается в молоко по делению 1,030 после чего оставляется в свободно

плавающим состоянии. Лактоденсиметр должен не опираться о стенки цилиндра и быть отдаленным от них не менее чем на 5 мм.

При отсчитывании плотности глаза должны быть в одной и той же плоскости с мениском. Отсчитывание делается в верхнем конце мениска с точностью до 0,0005, а отсчитывание температуры делается с точностью до 0,5 °С.

Разница между двумя параллельными определениями не должна превышать 0,0005.

1.6. Вычисление заново стоимостей по лактоденсиметру при 20 °С.

Если у молока при определении его плотности температура выше или ниже 20 °С, отсчитанные стоимости по лактоденсиметру вычисляются заново относительно к 20 °С.

Новое вычисление плотности к 20 °С делается по следующему способу: на каждый температурный градус над 20 °С к отсчитанной при помощи анализатора молока величине добавляется 0,2 ° лактоденсиметрических градусов за коровье и козье молоко и 0,25 ° за овечье и буйволиное молоко или 0,0002, соответственно 0,00025 относительно плотности. А на каждый температурный градус под 20 °С, от измеренной с помощью молокомера величины отнимаются 0,2-0,25 лактоденсиметрических градусов или 0,0002, (0,00025) от плотности.

2. Определение содержания жира в молоке и его производных

2.1. Общие положения

Для проведения исследований используются реактивы чистые для анализа (р.ч.а.) и дистиллированная вода или вода равностойной чистоты.

2.2. Взятие проб для анализа

Взятие проб с молока и его продуктов делается согл. Приложениям № 1 и № 2.

2.3. Принцип метода.

Метод состоит в растворении протеинов молока и молочных продуктов серной кислотой определенной концентрации в бутирометре и отделение жиров под воздействием амилового алкоголя, нагревании и центрифугировании в виде плотного прозрачного слоя, чья объем измеряется в градуированной части бутирометра.

2.4. Необходимые уреды и реагенты

- Бутирометры для молока, специальные для снятого молока и сливок;

- Резиновые затычки для бутирометров;
- Статив для бутирометров;
- Пипеты специальные или автоматические для молока, серной кислоты и изоамилового спирта объемом в 1,10 и 11 см³;
- Пипеты объема в 1 и 20 см³;
- Стеклообразные чаши объемом с 25 до 50 см³;
- Центрифуга по Герберу;
- Водяной банник;
- Ртутные термометры до 100 °С со стоимостью шкального деления - 1 °С;
- Серная кислота плотностью 1,82 при 20 °С для определения содержания жира в молоке;
- Изоамиловый спирт по Герберу с плотностью от 0,811 до 0,812.

2.5. Проделка определения:

Подготовка пробы для анализа.

Молоко размешивается хорошо с тем чтобы получилась гомогенная смесь жира в пробе (при необходимости делается медленный нагрев до 35-40°С) внимательно качая и темперируя до 20±2°С. Пробы пахты и сыворотки предварительно фильтруются через двойной пласт марли, после чего темперируются до 20±2°С.

Пробы сливок ставятся в водяной банник при температуре с 35 до 40°С, размешиваются до получения гомогенной пробы, после чего охлаждаются до 20±2°С.

2.6. Проделка измерения

Бутирометром для молока

Относительно молока, сыворотки, пахты

При помощи автоматической или специальной пипеты для кислот отмеряются 10 см³ серной кислоты $d=1,820 \text{ kg/m}^3$ при 20 °С в бутирометре для молока. По стенкам бутирометра внимательным образом наплащаются 11 см³ подготовительной пробы. Пипета задерживается до полного отсчитывания.

Относительно сливок

От подготовленной пробы отмеряются 10 г, с ошибкой до 0,001 г, добавляется 50 см³ воды. Смесь размешивается и нагревается до 30-35 °С, размешивается заново и охлаждается до 20±2°С, после чего поступаем как при молоке, используя серную кислоту с $d=1,789$ до $1,790 \text{ kg/m}^3$.

При помощи бутирометра для сливок

Для сливок

Отмеряются 5 г из пробы в бутирометре с ошибкой до 0,0001 г, после чего добавляется 5 см³ воды, 10 см³ серной кислоты с $d=1,780$ до 1,790 кг/м³ при 20 °С и 1 см³ изоамиловый алкоголь. Бутирометр закрывается резиновой затычкой и разкачивается до полного растворения протеинов.

2.7. Вычисление результатов.

С использованием бутирометра для молока

Молоко, пахта, сыворотка.

По шкале бутирометра отсчитываются прямо граммы жира в 100 г продукта. Когда молоко свернулось, результат увеличивается на 0,1 г за каждый градус.

С использованием бутирометра для сливок.

Сливки

Содержание жира в исследуемых продуктах отсчитывается в процентах прямо на шкале бутирометров.

2.8. Точность измерения

С использованием бутирометра для молока

Разница между двумя параллельными определениями не должна превышать:

- Для снятого молока, пахты и сыворотки - 0,05 г в 100 г продукта;
- Для сливок - 0,5 г в 100 г продукта;
- Для молока - 0,1 г в 100 г продукта;

С использованием бутирометра для сливок

Разница между двумя параллельными определениями не должна превышать: 0,5 г в 100 г сливок.

3. Определение содержания воды и сухого вещества в молоке и его производных.

3.1. Общие положения

Сухое вещество выражает содержание жира, белков, углеводов и солей.

Взятие проб для анализа

Взятие проб с молока и его производных делается согл. Приложениям № 1 и № 2.

3.2. Сущность методов.

Содержание воды определяется тегловым образом при помощи сушки при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ взвешанного количества продукта до постоянной массы и выражается в граммах в каждые 100 г продукта.

Сухое вещество есть масса сухого остатка, полученного после высушивания определенного количества продукта при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постоянной массы и выражается в граммах в каждом 100 г продукта.

3.3. Необходимые аппараты и реактивы

- аналитические весы с границей нагрузки 200 г и ошибкой 0,0002 г;
- ртутные термометры от 0 до 100°C и от 0 до 150°C со стоимостью деления шкалы - 1°C ;
- Пипеты объемом 5 и 10 см^3 , II класса;
- Стекляные банки с шлифованными затычками вместимости 100-200 см^3 ;
- сушка с терморегулятором для поддержания температуры $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$;
- Ексикатор с силикагелем или другим гигроскопическим материалом;
- Весовые стекла;
- Щипцы для весовых стекол;
- Стекляные палки с округленными окончаниями;
- Кварцовый, морской или речной песок.

3.4. Проделка измерения:

Подготовка пробы для анализа.

Молоко (сыворотка, сливки, пахта) размешиваются хорошо при помощи неоднократного переворачивания. При необходимости проба нагревается медленно (до $38-40^\circ\text{C}$), размешивается хорошо и охлаждается до 20°C . Смешивание и переливание делаются не менее трех раз в сухом и чистом сосуде.

3.5. Проведение измерения

Весовое стекло с 20-30 г промытым и накалившимся песком и стеклянной стержень сушатся при $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ в продолжении 1 часа, после чего вынимается, накрывается крышкой, темперируется в ексикаторе (до 30 min) и масса взвешивается с точностью до 0,0005 г. На весовое стекло ставится пипетой около 10 см^3 молока, накрывается и немедленно взвешивается. Стеклянным стержнем молоко размешивается хорошо с песком и вместе с открытой крышкой нагревается в водяном баннике, до тех пор пока получится гомогенная масса. После этого весовое стекло ставится в сушку с температурой $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$, сушится 3 часа, вынимается, накрывается крышкой, темперируется в ексикаторе (до 30 мин) и масса взвешивается. Весовое стекло ставится снова в сушку и сушится 1 час, после чего вынимается, темперируется и взвешивается. Это повторяется до тех пор пока разница между двумя последовательными исследованиями снизится до 0,004g. Если при

повторной или последующей сушке масса увеличится, для вычисления используется масса предшествующего взвешивания.

3.6. Вычисление результатов.

Содержание воды определяется в граммах на 100 г продукта (молока и молочных производных), по формуле:

$$X = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} * 100$$

где

M1 – масса стекла с песком и стеклянным стержнем (g);

M2 - масса стекла с песком, стеклянным стержнем и пробой, взятой для анализа до сушки (g);

M3 - масса стекла с песком, стеклянным стержнем и пробой после сушки, (g);

Сухое вещество (Y) вычисляется по формуле

Y= 100 - X, где X это вычисленное водное содержание.

3.7. Точность измерения.

Разница между двумя параллельными измерениями одной пробы должна быть не больше 0,2 г в 100 г продукта.

4. Определение содержания казеина в молоке.

4.1. Общие положения

Методика разработана согласно методу Волькера.

Для проведения исследований используются реактивы чистые для анализа (р.ч.а.) и дистиллированная вода или вода равностойной чистоты.

4.2. Взятие проб для анализа

Взятие проб молока и молочных продуктов делается согл. Приложениям № 1 и № 2.

4.3. Принцип метода.

Добавленный к молоке формалин освобождает кислотные остатки белковых групп, которые титрируются раствором натриевой щелочи. Количество натриевой щелочи пропорционально содержанию казеина в молоке.

4.4. Необходимые аппараты и реактивы

- Чаши низкой формы, объемом в 250 см³;
- Пипеты Фоль - 25,5 см³;

- Пипеты Мор объемом в 1 см³, с делением 0,1 см³;
- Натриевая щелочь (р.ч.а.) - 0,143 н раствор;
- Формалин 40% (р.ч.а.) - недавно неутрализованный;
- Фенольфталейн - 2 %-ный раствор в 70 % этиловом спирте;
- Калиевый оксалат (р.ч.а.) 28 %-ный водной раствор;
- Кобальтовый сульфат (р.ч.а.) 5 %-ный водной раствор.

4.5. Проведение определения

Для коровьего молока

Приготовление контрольной пробы.

В стеклянной чаше отмеряются 20 см³ исследуемого молока и 1 см³ 3 %-ного водного раствора кобальтового сульфата. Проба взбалтывается и получается слабо розовое окрасение, которое служит эталоном в ходе исследования

4.6. Проделка измерения

В стеклянном стакане отмеряются 20 см³ молока и титруются при помощи 0,1 н натриевой щелочи, при индикаторе фенольфталейн, до получения цвета контрольной пробы. Объем израсходованной натриевой щелочи не отсчитывается.

К неутрализованной пробе добавляется 4 см³ 38-40 %-ный формалин и розовое окрасение раствора исчезает вследствие освобожденных карбоксильных групп. Размешивается хорошо и титруется при помощи 0,1 н натриевой щелочи, до тех пор пока не восстановится бледно-розовое окрасение. Отсчитывается объем израсходованной натриевой щелочи при втором титровании.

Для овечьего молока

Содержание казеина в овечьем молоке определяется тем же способом, с той разницей, что на месте 4 см³ 38-40 %-ного формалина, в молоко добавляются 6 см³, а эталонная проба приготавливается при помощи 1 см³ 4 %-ного раствора кобальтового сульфата.

4.7. Вычисления

Количество 0,1 н натриевой щелочи в см³, израсходованное при втором титровании, умножено на коэффициент 0,7335, дает нам содержание казеина в молоке в процентах.

Для того чтобы быстрее определить процент казеина, на базе израсходованных см³ 0,1 н натриевой щелочи, можно использовать следующие таблицы:

Таблица I

Вычисление казеина в коровьем молоке по израсходованным кубическим сантиметрам 0,1 n натриевой щелочи

0,1 n NaOH cm ³	Казеин %	0,1 n NaOH cm ³	Казеин %	0,1 n NaOH cm ³	Казеин %
3,00	2,20	3,35	2,46	3,70	2,71
3,05	2,24	3,40	2,49	3,75	2,75
3,10	2,27	3,45	2,53	3,80	2,79
3,15	2,31	3,50	2,56	3,85	2,82
3,20	2,35	3,55	2,6	3,90	2,86
3,25	2,38	3,60	2,64	3,95	2,90
3,30	2,42	3,65	2,68	4,00	2,93

Таблица II

Вычисление казеина в овечьем молоке по израсходованным кубическим сантиметрам 0,1 n натриевой щелочи

0,1 n NaOH cm ³	Казеин %	0,1 n NaOH cm ³	Казеин %	0,1 n NaOH cm ³	Казеин %
5,40	3,96	6,10	4,47	6,80	4,99
5,45	4,00	6,15	4,51	6,85	5,02
5,50	4,03	6,20	4,55	6,90	5,06
5,55	4,07	6,25	4,58	6,96	5,10
5,60	4,10	6,30	4,62	7,00	5,13
5,65	4,14	6,35	4,66	7,05	5,17
5,70	4,18	6,40	4,69	7,10	5,21
5,75	4,22	6,45	4,73	7,15	5,24
5,80	4,25	6,50	4,77	7,20	5,28
5,85	4,29	6,55	4,80	7,25	5,32
5,90	4,33	6,60	4,84	7,30	5,35
5,95	4,36	6,65	4,88	7,35	5,39
6,00	4,40	6,70	4,91	7,40	5,43
6,05	4,44	6,75	4,95	7,45	5,46

4.8. Точность определения

Делаются две параллельные пробы и разница в отсчитанном результате должна не превышать 0,1 %.

Точность метода требует работать на хорошем естественном освещении, титровать равномерно, без прекращения, использовать бесцветный формалин, предварительно неутрализованный натриевой щелочью при индикаторе фенолфталеин.

Формольное титрование является легко применимым, но недостаточно прецизным методом. Точные результаты при определении содержания казеина получаются методом Кьельдаля, который однако требует специальной аппаратуры.

5. Определение минеральных веществ в молоке.

5.1. Общие положения

О минеральных веществах в молоке судится по его пепельному содержанию.

5.2. Взятие проб для анализа

Взятие проб с молока и молочных производных делается согл. Приложениям № 1 и № 2.

5.3. Принцип метода.

Молоко высушивается, обугляется и опепеляется до постоянной массой. Полученная пепель вычисляется в процентах.

5.4. Необходимые аппараты и реактивы

- Аналитические весы;
- Тиглы;
- Водяной банник или инфракрасная лампа;
- Электрическая плита или горелка;
- Сушка с терморегулятором;
- Муфельная духовка ;
- Эксикатор;
- Количественный фильтр.

5.5. Проведение определения

В предварительно накалившемся и взвешанном тигле на аналитических весах взвешивается около 10 г молока с точностью до 0,0005 г. Тигель с пробой ставится на водяной банник или на инфракрасную лампочку до тех пор пока молоко испарится до сухого состояния, после чего обугляется на горелке или на слабой плите, причем надо следить за тем чтобы молоко не вспрыскивалось. Тигель ставится в муфельную духовку и опепеляется внимательно таким образом чтобы проба не загоралась, при температуре 500-550 °С до белой или серо-белой пепели. Темперирование в эксикаторе и взвешивается до указанной точности. Нагревание в духовке повторяется до получения постоянной массы.

5.6. Вычисления

Содержание пепели вычисляется по формуле:

$$пепел = \frac{(C - A)}{(B - A)} * 100$$

где:

А – масса пустого накаливаемого тигла, (g)

В – масса тигла с молоком, (g)

С – масса тигла с полученной пепелью, (g)

5.7.Точность определения

Разница между двумя параллельными определениями должна не превышать 0,02 %.