

---

---

**Молоко. Определение точки  
замерзания. Метод с применением  
термисторного криоскопа  
(контрольный метод)**

*Milk — Determination of freezing point — Thermistor cryoscope method  
(Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5764:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочные номера  
ISO 5764:2009(R)  
IDF 108:2009(R)

### Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике Общее Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5764:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411e-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009>



### ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

International Dairy Federation  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Предисловие .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	2
5 Реактивы .....	Ошибка! Закладка не определена.
6 Оборудование .....	3
7 Отбор проб .....	4
8 Калибровка термисторного криоскопа .....	5
9 Приготовление испытуемой пробы .....	6
9.1 Приготовление .....	6
9.2 Состояние пробы .....	6
10 Проведение анализа .....	6
10.1 Предварительные проверки .....	6
10.2 Рабочая калибровочная проверка .....	6
10.3 Определение .....	6
11 Расчеты и выражение результатов .....	7
11.1 Расчеты .....	7
11.2 Выражение результатов .....	7
12 Прецизионность .....	7
12.1 Межлабораторное испытание .....	7
12.2 Сходимость .....	7
12.3 Воспроизводимость .....	8
13 Протокол испытания .....	8
Приложение А (информативное) Межлабораторное испытание коровьего молока .....	9
Приложение В (информативное) Межлабораторное испытание сырого овечьего и козьего молока .....	11
Приложение С (информативное) Руководящие положения по применению обычных методов с использованием термисторного криоскопа .....	13
Приложение D (информационное) Корректирование значения точки замерзания, используемого как контрольное значение для натурального молока .....	16
Библиография .....	17

## Предисловие

**Международная организация по стандартизации (ISO)** является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов – членов ISO). Разработка международных стандартов, как правило, осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет – член, заинтересованный в деятельности, для проведения которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) в вопросах стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентного права. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 5764|IDF 108 разработан техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом ПК 5, *Молоко и молочные продукты* и Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF). Он публикуется ISO и IDF совместно.

Настоящее третье издание ISO 5764|IDF 108 аннулирует и заменяет второе издание (ISO 5764|IDF 108:2002), область применения которого была подвергнута техническому пересмотру.

## Предисловие

**Международная федерация предприятий молочной промышленности (IDF)** является некоммерческой организацией, представляющей молочную промышленность по всему миру. Членство IDF включает национальные комитеты в каждой стране-члене, а также региональные ассоциации молочной промышленности, которые подписали официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. Все члены IDF имеют право быть представленными в постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые Рабочими группами и Постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 5764|IDF 108 разработан техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом ПК 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF). Он публикуется ISO и IDF совместно.

Вся работа была проведена совместной ISO-IDF Рабочей Группой по воде Постоянного комитета по *Основным компонентам молока* под руководством г-жи S. Orlandini (Италия).

Настоящее издание ISO 5764|IDF 108 аннулирует и заменяет ISO 5764|IDF 108:2002, область применения которого была подвергнута техническому пересмотру.



# Молоко. Определение точки замерзания. Метод с применением термисторного криоскопа (контрольный метод)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает контрольный метод определения точки замерзания сырого коровьего молока, термообработанного цельного, частично или полностью обезжиренного коровьего молока, а также сырого овечьего и козьего молока с использованием термисторного криоскопа.

Точка замерзания может быть использована для оценки относительного содержания в молоке посторонней воды. Расчет содержания посторонней воды зависит от дневных и сезонных колебаний и не рассматривается в области применения настоящего международного стандарта.

Результаты, полученные на основе проб с титруемой кислотностью, превышающей 20 мл раствора гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л на 10 г нежирного остатка, не являются представительными для исходного молока.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Стерилизация и вакуумная пастеризация могут повлиять на точку замерзания молока (см. ссылку [5]).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Данный метод использует инструментарий с учетом времени плато. При обычных измерениях возможно использование иных методов с применением термисторного криоскопа, например, процедуры фиксированного времени. Руководящие положения по применению других процедур приводятся в Приложении С.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Предельное значение, приведенное для титруемой кислотности в Разделах 1 и 9.2, применимо к коровьему молоку. Предельные значения для овечьего и козьего молока, возможно, будут более высокими.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы необходимы для применения данного стандарта. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание ссылочного документа (включая любые поправки).

ISO 3696, Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания

ISO 6091, Молоко сухое. Определение титруемой кислотности (контрольный метод) <sup>1)</sup>

## 3 Термины и определения

В настоящем документе используется следующий термин и его определение.

### 3.1

#### точка замерзания молока freezing point of milk

значение температуры, полученное при использовании метода, установленного в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Точку замерзания выражают в миллиградусах Цельсия.

1) Эквивалентен IDF 86.

## 4 Сущность метода

Пробу молока переохлаждают до заданной температуры. Кристаллизацию вызывают способом, достаточным для немедленного высвобождения тепла с нагревом пробы до температуры плато. Плато достигают, когда рост температуры не превышает 0,5 м°С в течение предыдущих 20 с. Полученная таким образом температура соответствует точке замерзания испытываемой пробы.

Прибор калибруют путем регулировки для получения правильных показаний для двух стандартных растворов хлорида натрия, используя процедуру, аналогичную процедуре для порций пробы молока.

## 5 Реактивы

Если не указано иначе, при проведении анализа используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

**5.1 Вода**, в соответствии с ISO 3696, градация 2 или вода эквивалентного качества, дистиллированная в аппарате из боросиликатного стекла.

Воду кипятят и охлаждают до 20 °С ± 2 °С непосредственно перед использованием.

**5.2 Натрия хлорид (NaCl)**, тонкоизмельченный, высушенный в электрической печи (6.7) при температуре 300 °С ± 25 °С в течение 5 ч или, в качестве альтернативы, высушенный в сушильном шкафу (6.8) при температуре 130 °С ± 2 °С в течение по меньшей мере 24 ч, затем охлажденный до комнатной температуры в эксикаторе (6.9).

### 5.3 Стандартные растворы хлорида натрия

Стандартные растворы готовят предпочтительно на базисе «грамм на килограмм» (см. Таблицу 1, левая колонка) путем взвешивания требуемого количества приготовленного сухого хлорида натрия (5.2) с точностью 0,1 мг и растворения его в 1 000 г ± 0,1 г воды (5.1). Стандартные растворы хранят при температуре около 5 °С в хорошо закупоренных полиэтиленовых бутылках (6.10) вместимостью не более 250 мл.

Как вариант, взвешивают в бюксе (6.5), с точностью 0,1 мг, требуемое количество (см. Таблицу 1, средняя колонка) приготовленного сухого хлорида натрия (5.2). Растворяют в воде (5.1) и количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл (6.6). Доводят водой (5.1) до метки 1 000 мл при 20 °С ± 2 °С и перемешивают.

Таблица 1 — Точка замерзания стандартных растворов хлорида натрия

Раствор NaCl г/кг	Раствор NaCl при 20 °С г/л	Точка замерзания м°С
6,763	6,731	-400,0
6,901	6,868	-408,0
7,625	7,587	-450,0
8,489	8,444	-500,0
8,662	8,615	-510,0
8,697	8,650	-512,0
8,835	8,787	-520,0
9,008	8,959	-530,0
9,181	9,130	-540,0
9,354	9,302	-550,0
9,475	9,422	-557,0
10,220	10,161	-600,0



Перед использованием стандартный раствор осторожно переворачивают и несколько раз вращают бутылку с целью тщательного перемешивания содержимого.

Никогда не следует энергично перемешивать стандартный раствор, так как это может привести к попаданию воздуха. Пробы стандартных растворов следует вливать из бутылок; никогда не следует использовать пипетки для этих целей. Не следует использовать стандартные растворы из бутылок, которые заполнены менее чем на одну четверть, или стандартные растворы, которым более 2 месяцев или которые содержат видимые следы плесени.

Для данного контрольного метода необходимо использовать только бесконсервантные стандартные растворы хлорида натрия. В случае обычных методов можно использовать стандартные растворы хлорида натрия с фунгицидными или фунгистатическими агентами. Руководящие положения см. в Приложении С.

## 6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, нижеприведенное.

**6.1 Криоскоп**, состоящий из термически контролируемого охлаждающего устройства, термисторного зонда с заданным контуром, устройства считывания, мешалки для пробы и устройства вызова кристаллизации (см. Рисунок 1).

### 6.1.1 Охлаждающее устройство

Можно использовать несколько типов термически контролируемых охлаждающих устройств, например:

- a) иммерсионного типа: охлаждающая ванна с требуемой буферной емкостью;
- b) циркулярного типа: непрерывный поток охлаждающей жидкости вокруг пробирки с пробой;
- c) типа с охлаждающим блоком: охлаждающий блок с малым количеством охлаждающей жидкости.

После начала замораживания следует поддерживать температуру охлаждающей жидкости вокруг пробирки с пробой постоянной на уровне  $-7,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ .

**ПРИМЕЧАНИЕ** Подходящей охлаждающей жидкостью является 33 % (по объему) водный раствор пропиленгликоля.

### 6.1.2 Измерительное устройство, связанные схемы и устройство считывания.

Термистор должен быть стеклянным зондом с диаметром  $1,60\text{ мм} \pm 0,4\text{ мм}$  и электрическим сопротивлением в диапазоне от 3 Ом до 30 кОм при  $0\text{ °C}$ .

Тип и размеры стержневого материала (включая возможный наполнитель) в процессе работы не должны допускать передачу тепла в пробу более чем  $2,5 \times 10^{-3}\text{ Дж/с}$ .

Когда зонд находится в позиции измерения, шарик термистора должен лежать на оси пробирки с пробой и на равных расстояниях от внутренних стенок и внутреннего дна пробирки (см. Рисунок 1).

Термистор и связанные схемы должны иметь чувствительность  $1\text{ м}^{\circ}\text{C}$  или выше в диапазоне от  $-400\text{ м}^{\circ}\text{C}$  до  $-600\text{ м}^{\circ}\text{C}$ .

Линейность контура должна быть такова, чтобы не было внесено ни одной ошибки более  $1\text{ м}^{\circ}\text{C}$  в любой точке в диапазоне от  $-400\text{ м}^{\circ}\text{C}$  до  $-600\text{ м}^{\circ}\text{C}$  при правильной работе прибора.

Устройство считывания должно обеспечивать чувствительность  $1\text{ м}^{\circ}\text{C}$  или выше в диапазоне по меньшей мере от  $0\text{ м}^{\circ}\text{C}$  до  $-1\text{ 000 м}^{\circ}\text{C}$ .

**6.1.3 Проволока для перемешивания**, инертная по отношению к молоку, используемая для перемешивания порции пробы в процессе охлаждения.

Амплитуда проволоки для перемешивания должна быть отрегулирована. Проволоку устанавливают вертикально в соответствии с инструкциями производителя. Проволока должна вибрировать вбок с амплитудой от 2 до 3 мм с тем, чтобы обеспечить единообразие температуры порции пробы в процессе охлаждения. В процессе перемешивания не следует допускать соударения проволоки со стеклянным зондом или стенками пробирки.

**6.1.4 Устройство вызова кристаллизации**, которое мгновенно вызывает кристаллизацию порции пробы при достижении  $-3,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Для данной цели можно использовать проволоку для перемешивания (6.1.3). Один из методов состоит в увеличении амплитуды вибрации на 1–2 с, чтобы проволока для перемешивания соударялась со стенками пробирки с пробой (6.2).

**6.2 Пробирки для пробы**, симметричные, изготовленные из боросиликатного стекла, длиной  $50,5\text{ мм} \pm 0,2\text{ мм}$ , с внешним диаметром  $16,0\text{ мм} \pm 0,2\text{ мм}$  и внутренним диаметром  $13,7\text{ мм} \pm 0,3\text{ мм}$  (см. Рисунок 1).

Толщина стенок пробирки не должна варьировать более чем на 0,1 мм.

Пробирки должны иметь одинаковую форму, чтобы для равных объемов одного и того же раствора были получены одинаковые точки замерзания. Перед использованием пробирки следует проверить на одинаковость.

**6.3 Главный источник электропитания**, способный функционировать в соответствии с техническими требованиями производителя.

**6.4 Аналитические весы**, имеющие точность взвешивания 0,1 мг.

**6.5 Бюкс.**

**6.6 Мерные колбы с одной меткой**, вместимостью 1 000 мл, по ISO 1042[2], класс А.

**6.7 Электрическая печь**, способная функционировать при температуре  $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; или

**6.8 Сушильный шкаф**, способный функционировать при температуре  $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**6.9 Эксикатор**, содержащий силикагель, с индикатором гигрометра.

**6.10 Полиэтиленовые бутылки**, максимальной вместимостью 250 мл, с соответствующими пробками.

## 7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707| IDF 50 [1].

Важно, чтобы в лабораторию была поставлена проба, которая в полной мере представительна и не была повреждена или изменена в процессе транспортирования или хранения.

Испытывать пробы следует предпочтительно незамедлительно после их доставки в лабораторию. При условии, что проба сохраняется в представительном виде, испытываемую пробу сырого молока можно хранить при температуре от  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $6\text{ }^{\circ}\text{C}$  до 48 ч после отбора проб. В случае испытываемых проб переработанного молока соблюдают их срок хранения.

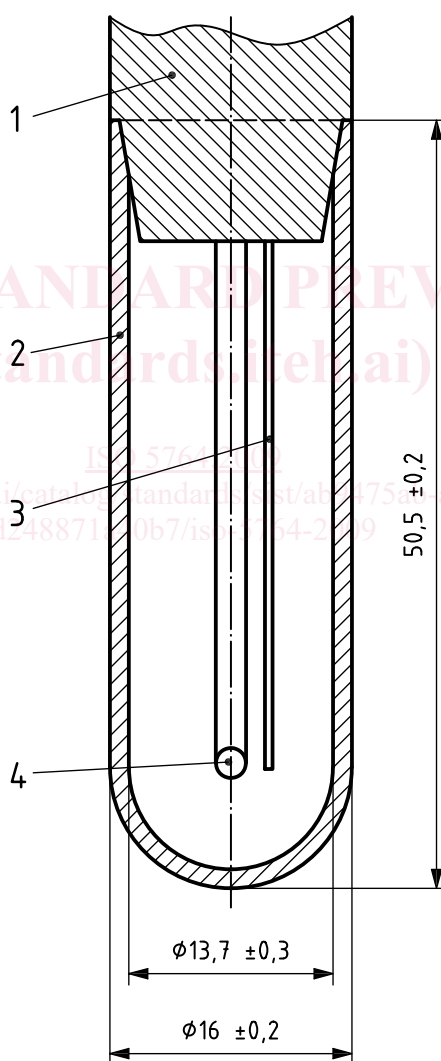
## 8 Калибровка термисторного криоскопа

Следует обеспечить, чтобы криоскоп (6.1) был в рабочем состоянии в соответствии с инструкциями производителя. Проверяют положение зонда, амплитуду вибраций проволоки для перемешивания и температуру охлаждающего устройства (6.1.1).

Выбирают два стандартных раствора хлорида натрия (см. Таблицу 1), точки замерзания которых близки к ожидаемой точке замерзания исследуемого молока. Разница температур в точках замерзания двух растворов должна быть не менее 100 м°С. Необходимо гарантировать, чтобы температура выбранных стандартных растворов и испытываемой пробы была одинаковой.

Наливают 2,5 мл ± 0,1 мл стандартных растворов в чистые, сухие пробирки для проб (6.2) и калибруют прибор, как это указано производителем. Используют пробирки для проб (6.2) того же типа, что и пробирки, используемые во время испытания пробы. После этого термисторный криоскоп готов к работе.

Размеры в миллиметрах



### Обозначение

- 1 оправка
- 2 пробирка для пробы
- 3 проволока для перемешивания
- 4 шарик термистора

**Рисунок 1 — Изображение пробирки с пробой, термисторного зонда и проволоки для перемешивания**