

---

---

**Продукты на основе молочного жира.  
Определение содержания воды. Метод  
Карла Фишера**

*Milk fat products — Determination of water content — Karl Fisher  
method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5536:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1b25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009>

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



Ссылочные номера  
ISO 5536:2009(R)  
IDF 23:2009(R)

© ISO и IDF 2009

### 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 или IDF не несут 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 General 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 и национальными комитетами IDF. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

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

ISO 5536:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1b25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009>



### 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 письменного согласия ISO или IDF, полученного по адресу, приведенному ниже.

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

## Предисловие

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

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

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 5536|IDF 23 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией по молочному животноводству (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Настоящее второе издание ISO 5536|IDF 23 отменяет и заменяет первое издание (ISO 5536|IDF 23:2002), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

## Предисловие

**Международная федерация по молочному животноводству (IDF)** является некоммерческой организацией, представляющей всемирное молочное животноводство. Членами IDF являются Национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации по молочному животноводству, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности с IDF. Каждый член IDF имеет право быть представленным в Постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Основная задача Постоянных комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Постоянными комитетами, рассылаются Национальным комитетам для утверждения до опубликования в качестве международных стандартов. 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 ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 5536|IDF 23 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты* и Международной федерацией по молочному животноводству (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена совместной ISO-IDF рабочей группой по *Воде* Постоянного комитета по *Основным компонентам молока* под руководством проф. д-ра Г.-Д. Изенгарда (Германия).

Настоящее издание of ISO 5536|IDF 23 отменяет и заменяет ISO 5536|IDF 23:2002, которое было подвергнуто техническому пересмотру.

# Продукты на основе молочного жира. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод Карла Фишера (KF) для определения содержания воды в продуктах на основе молочного жира.

Метод применим к концентратам молочного жира (обезвоженному концентрату молочного жира, обезвоженной жировой фракции масла, обезвоженному молочному жиру) с содержанием воды не более 1,0 % массовой доли.

## 2 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

### 2.1

**содержание воды в продуктах на основе молочного жира**  
**water content of milk fat products**

$w_{H_2O}$

массовая доля воды, определенная в соответствии с методикой, установленной в настоящем международном стандарте.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание воды выражают в процентах массовой доли.

## 3 Принцип

Пробу для испытания непосредственно титруют имеющимся в продаже двухкомпонентным реактивом Карла Фишера при температуре примерно 40 °С. Содержание воды рассчитывают по количеству используемого реактива.

## 4 Реактивы

Если не оговорено особо, используют только реактивы признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

Избегают поглощения влаги из окружающей среды.

**4.1 Реактив Карла Фишера (KF)**, имеющийся в продаже, не содержащий пиридина, двухкомпонентный реактив, содержащий титрующий компонент (4.2) и растворитель.

В противном случае также можно использовать не содержащий пиридина, однокомпонентный реактив Карла Фишера, содержащий только титрующий компонент (4.2), в этом случае метанол (4.6) используется как растворитель.

### 4.2 Титрующий компонент.

Титрующий компонент реактива KF (4.1) должен иметь водный эквивалент, равный приблизительно 2 мг/мл.

#### 4.3 1-Октанол (C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>OH)

#### 4.4 Рабочая среда.

Готовят рабочую среду, смешивая равные объемы растворителя реактива KF (4.1) и 1-октанола (4.3) (1+1) непосредственно в сосуде для титрования прибора KF (5.1).

#### 4.5 Водный стандарт, $w_{H_2O} = 10$ мг/г.

Для определения водного эквивалента титрующего компонента используют имеющийся в продаже жидкий водный стандарт.

#### 4.6 Метанол (CH<sub>3</sub>OH), с содержанием воды не более 0,05 % массовой доли.

### 5 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

Перед использованием удостоверяются в том, что все оборудование совершенно сухое.

**5.1 Прибор Карла Фишера (KF).** Используют автоматический прибор KF для объемного титрования с бюреткой вместимостью 5 мл (предпочтительно) или 10 мл и сосудом для титрования с двойной рубашкой и входным и выходным отверстиями для воды, чтобы проводить титрование при температуре примерно 40 °С.

**5.2 Водяная баня,** способная поддерживать температуру 40 °С ± 5 °С; оборудованная термостатом и насосом для нагревания сосуда для титрования с двойной рубашкой в приборе KF (5.1).

**5.3 Аналитические весы,** способные взвешивать с точностью до 1 мг и возможностью считывания до 0,1 мг.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1b25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009>

**5.4 Шприцы одноразового использования,** вместимостью 5 мл или 10 мл; для дозирования водного стандарта (4.5) и пробы для анализа (7.5).

### 6 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707 | IDF 50<sup>[1]</sup>.

### 7 Методика

#### 7.1 Дрейф прибора KF

**7.1.1** Определяют дрейф прибора KF (5.1) каждый день и/или в случае изменения рабочих условий следующим образом.

Смешивают примерно 30 мл рабочей среды (4.4) в сосуде для титрования прибора KF (5.1). Нагревают сосуд с содержимым до температуры 40 °С с помощью водяной бани (5.2). Предварительно титруют рабочую среду. Затем выполняют титрование в течение 5 мин (без добавления пробы для испытания).

**ВАЖНОЕ ЗАМЕЧАНИЕ —** Во время каждого титрования используемая рабочая среда должна полностью покрывать электроды прибора KF.

**7.1.2** Рассчитывают дрейф прибора KF,  $q_V$ , выраженный в миллилитрах в минуту, используя Формулу (1):

$$q_V = \frac{V_d}{t} \quad (1)$$

где

$V_d$  объем титрующего компонента (4.2), используемого для титрования (7.1.1), в миллилитрах;

$t$  время, в минутах.

Или рассчитывают дрейф прибора KF,  $q_m$ , выраженный в миллиграммах в минуту, используя Формулу (2):

$$q_m = \frac{V_d \rho_e}{t} \quad (2)$$

где  $\rho_e$  водный эквивалент (7.2) титрующего компонента (4.2), используемого для титрования (7.1.1), в миллиграммах на миллилитр.

## 7.2 Водный эквивалент титрующего компонента реактива KF

### 7.2.1 Титрование

Для того чтобы точно рассчитать водный эквивалент титрующего компонента для каждого определения, выполняют по пять раз титрование, как указано в этом подразделе, и расчет (7.2.2).

Смешивают примерно 30 мл рабочей среды (4.4) в сосуде для титрования прибора KF (5.1) (см. также 7.1.1, “важное замечание”). Нагревают сосуд с содержимым до температуры 40 °C с помощью водяной бани (5.2). Предварительно титруют рабочую среду.

Отбирают в одноразовый шприц (5.4) от 0,6 г до 0,9 г водного стандарта (4.5) (соответствующие примерно 6 мг – 9 мг воды). Взвешивают шприц с содержимым и записывают его массу с точностью до 0,1 мг.

Можно также брать более 0,6 г – 0,9 г водного стандарта и использовать одинаковое заполнение шприца для нескольких титрований (сразу же одно за другим). В этом случае следует также использовать для каждого титрования 0,6 г – 0,9 г водного стандарта, причем точное количество рассчитывают каждый раз путем взвешивания шприца с оставшимся содержимым после каждого впрыска.

Добавляют водный стандарт в сосуд для титрования. Опять взвешивают пустой шприц и записывают его массу с точностью до 0,1 мг. Вычитают массу пустого шприца из массы шприца с водным стандартом перед добавлением водного стандарта в сосуд для получения чистой массы водного стандарта, добавленного в сосуд для титрования,  $m_{w,i}$  (для  $i = 1 \dots 5$ ). Записывают чистую массу добавленного водного стандарта с точностью до 0,1 мг.

Выполняют титрование, используя в качестве критерия прекращения подачи время задержки 10 с, упомянутое в 7.3. Записывают для  $i = 1 \dots 5$  объем,  $V_{\rho_e,i}$ , в миллилитрах, титрующего компонента.

Не проводят более трех титрований на одной порции рабочей среды.

После трех титрований на одной порции рабочей среды выполняют последующие титрования, смешивая снова 30 мл рабочей среды (4.4) в сосуде для титрования прибора.

## 7.2.2 Расчет

Рассчитывают водный эквивалент титрующего компонента,  $\rho_{e,i}$ , выраженный в миллиграммах воды на миллилитр, как среднее значение пяти (для  $i = 1 \dots 5$ ) одиночных титрований (7.2.1), используя Формулу (3).

$$\rho_{e,i} = \frac{m_{w,i} \cdot w_{H_2O,s}}{V \cdot \rho_{e,i}} \quad (3)$$

где

$m_{w,i}$  масса водного стандарта, используемого для титрования  $i$  (7.2.1), в граммах;

$w_{H_2O,s}$  массовая доля воды в водном стандарте, в миллиграммах на грамм;

$V$  объем титрующего компонента (4.2) при титровании  $i$  (7.2.1), в миллилитрах.

## 7.2.3 Среднее значение

Рассчитывают водный эквивалент титрующего компонента,  $\rho_e$ , выраженный в миллиграммах воды на миллилитр, как среднее значение пяти ( $i = 1 \dots 5$ ) одиночных титрований (7.2.1), используя Формулу (4):

$$\rho_e = \frac{\sum_{i=1}^5 \rho_{e,i}}{5} \quad (4)$$

## 7.2.4 Выражение водного эквивалента

Выражают (среднее) значение водного эквивалента с точностью до третьего десятичного знака.

## 7.3 Критерий прекращения подачи

Согласно характеристикам используемого прибора критерий остановки должен быть равен либо времени задержки 10 с, либо дрейф при остановке должен быть чуть выше измеренного дрейфа (7.1).

## 7.4 Приготовление пробы для испытания

Смешивают пробу для испытания путем тщательного перемешивания при температуре 35 °C – 40 °C для полного диспергирования воды.

## 7.5 Определение

Смешивают примерно 30 мл рабочей среды (4.4) в сосуде для титрования прибора KF (5.1) (см. также 7.1.1, “важное” замечание). Нагревают сосуд с содержимым до температуры 40 °C с помощью водяной бани (5.2). Предварительно титруют рабочую среду.

Отбирают приблизительно 5 г пробы для испытания (7.4) в одноразовый шприц (5.4). Взвешивают шприц с пробой для анализа и записывают общую массу с точностью до 0,1 мг.

Добавляют пробу для анализа в сосуд для титрования. Опять взвешивают пустой шприц и записывают его массу с точностью до 0,1 мг. Вычитают массу шприца из массы пробы для анализа и шприца для получения чистой массы пробы для анализа,  $m$ . Записывают чистую массу с точностью до 0,1 мг.

Выполняют титрование и записывают объем,  $V$ , в миллилитрах, титрующего компонента. Не проводят более трех титрований на одной порции рабочей среды.



Если используют неавтоматический титратор, рассчитывают результаты (см. 8.1), записывают время титрования  $t$ .

Для получения более точных результатов рекомендуется выполнять несколько реплик определения. В этом случае записывают для каждой реплики,  $i$ , индивидуальную массу пробы для анализа,  $m_i$ , количество титрующего компонента,  $V_i$ , и время титрования,  $t_i$ .

## 8 Расчет и выражение результатов

### 8.1 Расчет

Если применимо, можно также использовать соответствующий автоматический расчет с помощью титратора.

**8.1.1** Рассчитывают содержание воды в пробе для испытания,  $w_{\text{H}_2\text{O}}$ , выраженное в процентах массовой доли, используя либо Формулу (5), либо Формулу (6):

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{(V - q_V t) \rho_e}{m} \times 100 \quad (5)$$

или

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{V \rho_e - q_m t}{m} \times 100 \quad (6)$$

где

- $V$  — объем титрующего реактива (7.5), в миллилитрах;
- $q_V$  — величина дрейфа (7.1.2), в миллилитрах в минуту;
- $q_m$  — величина дрейфа (7.1.2), в миллиграммах в минуту;
- $t$  — время титрования (7.5), в минутах;
- $\rho_e$  — водный эквивалент титрующего компонента (7.2.3), в миллиграммах на миллилитр;
- $m$  — масса пробы для анализа (7.5), в миллиграммах.

**8.1.2** Если было выполнено  $n$  реплик для пробы, рассчитывают для каждой реплики,  $i$ , индивидуальное содержание воды в пробе для испытания,  $w_{\text{H}_2\text{O},i}$ , выраженное в процентах массовой доли, используя либо Формулу (7), либо Формулу (8):

$$w_{\text{H}_2\text{O},i} = \frac{(V_i - q_V t_i) \rho_e}{m_i} \times 100 \quad (7)$$

или

$$w_{\text{H}_2\text{O},i} = \frac{V_i \rho_e - q_m t_i}{m_i} \times 100 \quad (8)$$

где

- $V_i$  — объем титрующего реактива (7.5) для реплики  $i$ , в миллилитрах;
- $t_i$  — время титрования (7.5) для реплики  $i$ , в минутах;

$m_i$  масса пробы для анализа (7.5) для реплики  $i$ , в миллиграммах;

$i$  количество реплик для  $i = 1$  до  $n$ .

**8.1.3** Рассчитывают для  $n$  реплик среднее значение содержания воды в пробе для испытания,  $\bar{w}_{H_2O}$ , выраженное в процентах массовой доли, используя Формулу (9):

$$\bar{w}_{H_2O} = \frac{\sum_{i=1}^n w_{H_2O, i}}{n} \quad (9)$$

## 8.2 Выражение результатов

Выражают результат с точностью до второго десятичного знака.

## 9 Прецизионность

### 9.1 Межлабораторное испытание

Параметры повторяемости и воспроизводимости, полученные в результате проведения этого межлабораторного испытания, были определены в соответствии с ISO 5725-1<sup>[2]</sup> и ISO 5725-2<sup>[3]</sup>.

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Полученные значения не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

### 9.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух индивидуальных однократных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, должно не более чем в 5 % случаев превышать 0,01 % массовой доли.

### 9.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух индивидуальных однократных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, должно не более чем в 5 % случаев превышать 0,05 % массовой доли.

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

- а) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- б) используемый метод отбора проб, если известен;
- в) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий международный стандарт;
- г) все подробности, не указанные в настоящем международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- е) полученный(ые) результат(ы); и в случае проверки повторяемости конечный полученный результат.