
**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.itech.ai)

ISO 5536:2009

<https://standards.itech.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
Web 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
Web 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 (C₈H₁₇OH)

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 (CH₃OH), 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 °C.

5.2 Водяная баня, способная поддерживать температуру 40 °C ± 5 °C; 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.

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^[1].

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 °C 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 ρ_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, ρ_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;
- ρ_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, $\bar{w}_{\text{H}_2\text{O}}$, выраженное в процентах массовой доли, используя Формулу (9):

$$\bar{w}_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{\sum_{i=1}^n w_{\text{H}_2\text{O}, i}}{n} \quad (9)$$

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^[2] и ISO 5725-2^[3].

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.