

МЕЖДУНАРОДНЫЙ  
СТАНДАРТ

ISO  
5544

IDF  
89

Второе издание  
2008-01-15

---

---

**Казеины. Определение содержания  
“связанной золы” (Контрольный  
метод)**

*Caseins — Determination of “fixed ash” (Reference  
method)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5544:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>

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



Ссылочные номера  
ISO 5544:2008(R)  
IDF 89:2008(R)

© ISO и IDF 2008

### 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 установку интегрированных шрифтов в 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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

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

ISO 5544:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>



### ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2008

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 по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

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.

ISO 5544|IDF 89 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Настоящее второе издание ISO 5544|IDF 89 отменяет и заменяет первое издание (ISO 5544:1978), которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

## Предисловие

**Международная федерация молочной промышленности (IDF)** является некоммерческой организацией, представляющей интересы предприятий молочной отрасли. Членами IDF являются национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации молочной промышленности, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности 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 должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 5544|IDF 89 подготовлен Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена под руководством совместной ISO-IDF-AOAC Группы экспертов (E11-E701), которая в настоящее время входит в состав совместной ISO-IDF Рабочей группы по *Физическим свойствам и реологическим испытаниям*, Постоянного комитета по *Микроэлементам и определению физических свойств*.

Настоящее издание ISO 5544|IDF 89 отменяет и заменяет стандарт IDF 89:1979, который был подвергнут незначительному пересмотру.

# Казеины. Определение содержания “связанной золы” (Контрольный метод)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания “связанной золы”, в процентах по массе, в казеинах, полученных в результате кислотного осаждения или молочно-кислого брожения, аммонийных казеинатах, их смесях с сычужным казеином и казеинатами, а также в казеинах неизвестного типа.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Для определения содержания золы в сычужных казеинах и казеинатах (за исключением аммонийных казеинатов), см. ISO 5545 | IDF 90<sup>[2]</sup>.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 3310-1, *Сита лабораторные. Технические требования и испытания. Часть 1. Лабораторные сита из проволочной ткани*

ISO 5550 | IDF 78, *Казеины и казеинаты. Определение содержания влаги (Контрольный метод)*

## 3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

**“связанная зола” в казеинах**  
**“fixed ash” of caseins**

вещества, определенные по методике, установленной в этом международном стандарте

**ПРИМЕЧАНИЕ** Содержание “связанной золы” в казеинах выражается в процентах по массе.

## 4 Принцип

Сжигают пробу для анализа при температуре  $(825 \pm 25) ^\circ\text{C}$  в присутствии ацетата магния для связывания всех фосфорорганических соединений. Затем взвешивают остаток и вычитают из него массу золы, полученную при сжигании ацетата магния.

## 5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества и только дистиллированную или деминерализованную воду эквивалентного качества.

**5.1 Ацетат магния, тетрагидрат**,  $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ , раствор концентрацией 120 г/л.

## 6 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

**6.1 Аналитические весы**, способные взвешивать с точностью до 0,000 1 г.

**6.2 Пипетка с одной меткой**, вместимостью 5 мл, соответствующая требованиям ISO 648, класс А.

**6.3 Кварцевые или платиновые тигли**, диаметром приблизительно 70 мм и глубиной от 25 мм до 50 мм.

**6.4 Сушильный шкаф**, способный поддерживать температуру  $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

**6.5 Электрическая печь**, с циркуляцией воздуха, способная поддерживать температуру  $(825 \pm 25) ^\circ\text{C}$ .

**6.6 Водяная баня**, способная поддерживать температуру кипения.

**6.7 Эксикатор**, содержащий эффективный осушитель.

**6.8 Измельчающее устройство**, для измельчения лабораторной пробы при необходимости (см. 8.1.4), без чрезмерного нагрева и потери или поглощения влаги. Не должна использоваться молотковая мельница.

**6.9 Лабораторное сито**, из проволочной сетки, диаметром 200 мм и номинальным размером ячейки 500 мкм, с приемником, соответствующее требованиям ISO 3310-1.

## 7 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].

## 8 Методика

### 8.1 Приготовление пробы для испытания

**8.1.1** Тщательно перемешивают лабораторную пробу, многократно встряхивая и переворачивая контейнер (при необходимости, после переноса всей лабораторной пробы в воздухонепроницаемый контейнер вместимости, достаточной для выполнения этой операции).

**8.1.2** Переносят приблизительно 50 г тщательно перемешанной лабораторной пробы на лабораторное сито (6.9).

**8.1.3** Если 50 г пробы полностью или почти полностью просеивается через сито, то используют для определения пробу, подготовленную в соответствии с 8.1.1.

**8.1.4** В противном случае, измельчают 50 г пробы на измельчающем устройстве (6.8) до тех пор, пока она не проходит через сито. Сразу же переносят всю просеянную пробу в воздухонепроницаемый контейнер достаточной вместимости и тщательно перемешивают, многократно встряхивая и переворачивая контейнер. Во время выполнения этих операций принимают меры предосторожности для предотвращения любого изменения содержания влаги в продукте.

**8.1.5** После подготовки пробы для испытания следует, как можно скорее, выполнить определение (8.4).

Очищают устройство после измельчения каждой пробы.

## 8.2 Подготовка тиглей

Прокаливают два тигля (6.3) в электрической печи (5.3), отрегулированной на температуру  $(825 \pm 25)^\circ\text{C}$ , в течение 30 мин. Охлаждают тигли в эксикаторе (6.7) до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

## 8.3 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 0,1 мг, непосредственно или по разности, приблизительно 3,000 0 г пробы для испытания (8.1) в один из подготовленных тиглей, обозначаемый тигель А.

## 8.4 Определение

С помощью пипетки (6.2) добавляют 5 мл раствора ацетата магния (5.1) в тигель А так, чтобы увлажнить всю пробу для анализа, и дают возможность постоять в течение 20 мин.

С помощью пипетки (6.2) добавляют 5 мл раствора ацетата магния (5.1) в другой подготовленный тигель, обозначаемый тигель В.

Выпаривают содержимое тиглей А и В досуха на водяной бане (6.6).

Помещают тигли А и В в сушильный шкаф (6.4), отрегулированный на температуру  $102^\circ\text{C}$ , на 30 мин.

Нагревают тигель А с содержимым на слабом пламени до полного обугливания пробы для анализа и следят за тем, чтобы она не воспламенилась.

Переносят тигли А и В в электрическую печь (6.5), отрегулированную на температуру  $825^\circ\text{C}$ , и нагревают в течение, по меньшей мере, 1 ч до исчезновения всего углерода из тигля А. Охлаждают тигли А и В в эксикаторе (6.7) до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Повторяют операции нагрева в электрической печи (6.5), охлаждения и взвешивания до тех пор, пока масса не будет оставаться постоянной в пределах 1 мг или начнет увеличиваться. Записывают минимальное значение массы.

## 9 Выражение результатов

### 9.1 Расчет

**9.1.1** Содержание “связанной золы” в пробе, включая фосфор,  $w_{fa}$ , в процентах по массе, вычисляют по формуле (1):

$$w_{fa} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

где

- $m_0$  масса пробы для анализа (8.3), в граммах;
- $m_1$  масса тигля А и остатка (8.4), в граммах;
- $m_2$  масса тигля А (8.2), в граммах;
- $m_3$  масса тигля В и остатка (8.4), в граммах;
- $m_4$  масса тигля В (8.2), в граммах.

Рассчитывают содержание “связанной золы” с точностью до 0,01 % по массе и записывают конечный результат с точностью до 0,1 % по массе.

**9.1.2** Для расчета содержания “связанной золы” в пробе в пересчете на сухое вещество, в процентах по массе, умножают результат, полученный из формулы (1), на коэффициент (2):

$$\frac{100}{100 - w_w} \quad (2)$$

где  $w_w$  — содержание влаги, в процентах по массе, в пробе, определенное согласно ISO 5550 | IDF 78.

## 9.2 Прецизионность

### 9.2.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных 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, будет не более чем в 5 % случаев превышать 0,1 г “связанной золы” на 100 г продукта (численно равное 0,1 % по массе).

### 9.2.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать 0,2 г связанной золы” на 100 г продукта (численно равное 0,2 % по массе).

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

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



## Библиография

- [1] ISO 707|IDF 50, *Молоко и молочные продукты. Руководящие указания по отбору проб*
- [2] ISO 5545|IDF 90, *Казеины сычужные и казеинаты. Определение содержания золы (контрольный метод)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5544:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>

ISO 5544:2008(R)  
IDF 89:2008(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5544:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>

---

---

**МКС 67.100.99**

Цена определяется из расчета 5 страниц