

---

---

**Молоко. Определение содержания  
кальция. Титриметрический метод**

*Milk — Determination of calcium content — Titrimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 12081:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>

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



Ссылочные номера  
ISO 12081:2010(R)  
IDF 36:2010(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 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 12081:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>



### ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2010

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.

ISO 12081|IDF 36 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 12081|IDF 36 отменяет и заменяет первое издание (ISO 12081:1998), которое было подвергнуто незначительному 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 75 % 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 12081|IDF 36 подготовлен Международной федерацией по молочному животноводству (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 существовавшей ранее совместной ISO-IDF рабочей группой по *Второстепенным соединениям*, которая в настоящее время входит в состав Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения состава*.

Настоящее издание ISO 12081|IDF 36 отменяет и заменяет IDF 36A:1992, которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

# Молоко. Определение содержания кальция. Титриметрический метод

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания кальция в молоке и молоке, восстановленном из сгущенного молока с сахаром и без него или из сухого молока.

## 2 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

### 2.1

#### содержание кальция в молоке calcium content in milk

массовая доля веществ, определенных по методике, установленной в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание кальция выражается в процентах массовой доли.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>

## 3 Принцип

Осаждают белковые вещества в пробе для анализа трихлоруксусной кислотой, а затем фильтруют. Осаждают кальций в фильтрате в виде оксалата кальция и отделяют центрифугированием. Титруют промытый и растворенный осадок перманганатом калия.

## 4 Реактивы и материалы

Если не указано иначе, используют реактивы только признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

**4.1 Раствор трихлоруксусной кислоты I** ( $C_2HCl_3O_2$ ), концентрацией 200 г/л.

**4.2 Раствор трихлоруксусной кислоты II**, концентрацией 120 г/л.

**4.3 Оксалат аммония** ( $C_2H_8N_2O_4$ ), насыщенный охлажденный раствор.

**4.4 Раствор метилового красного.**

Растворяют 0,05 г метилового красного ( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ ) в 100 мл этанола (96 % объемная доля).

**4.5 Раствор уксусной кислоты** ( $C_2H_4O_2$ ), 20 % объемная доля.

**4.6 Раствор аммиака I.**

Смешивают равные объемы раствора аммиака ( $\text{NH}_3$ ) (25 % массовая доля) и воды.

#### 4.7 Раствор аммиака II.

Разбавляют 2 мл раствора аммиака (25 % массовая доля) водой до 100 мл.

#### 4.8 Серная кислота ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

Добавляют 20 мл серной кислоты (98 % массовая доля) к 80 мл воды.

#### 4.9 Титрованный раствор перманганата калия, $c(\text{KMnO}_4) = 0,004$ моль/л $\pm 0,0001$ моль/л.

Проверяют титр в соответствии с обычной лабораторной практикой с помощью щавелевой кислоты или оксалата натрия.

### 5 Аппаратура и материалы

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

5.1 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 0,01 г, с возможностью отсчета до 0,001 г.

5.2 Мерная колба с одной меткой, вместимостью 50 мл, ISO 1042<sup>[4]</sup> класс А.

5.3 Пипетка, вместимостью 20 мл, ISO 648<sup>[2]</sup> класс А.

5.4 Центрифуга, обеспечивающая радиальное ускорение 1 400g.

5.5 Центрифужные пробирки, с цилиндрическим и круглым дном, вместимостью примерно 30 мл, градуированные на 20 мл.

5.6 Пипетки, вместимостью 2 мл и 5 мл, ISO 648<sup>[2]</sup> класс А.

5.7 Отсасывающее устройство, с капиллярной трубкой.

5.8 Водяная баня, способная поддерживать воду при температуре кипения.

5.9 Бюретка, градуированная с ценой деления 0,02 мл, ISO 385<sup>[1]</sup> класс А.

5.10 Фильтровальная бумага, беззольная, для медленного фильтрования.

### 6 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50<sup>[3]</sup>.

Важно поставлять в лабораторию действительно представительную пробу, которая не была подвергнута порче или изменению во время транспортировки или хранения.

### 7 Приготовление пробы для испытания

Доводят пробу для испытания молока или восстановленного молока до температуры  $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  и тщательно перемешивают. Если не образуется однородная дисперсия жира, медленно нагревают

пробу до 40 °С, затем осторожно перемешивают путем многократного переворачивания и охлаждают до 20 °С ± 2 °С.

## 8 Методика

### 8.1 Проба для анализа

Переносят примерно 20 г приготовленной пробы для испытания (см. Раздел 7) в мерную колбу (5.2), используя пипетку (5.3). Взвешивают пробу с точностью до 0,01 г.

### 8.2 Определение

#### 8.2.1 Осаждение белковых веществ

Постепенно добавляют при встряхивании раствор трихлоруксусной кислоты I (4.1) к пробе для анализа (8.1) до тех пор, пока не получат объем 50 мл. Энергично встряхивают в течение нескольких секунд и оставляют в покое на 30 мин. Фильтруют через фильтровальную бумагу (5.10), обращая внимание на то, чтобы фильтрат был прозрачным.

#### 8.2.2 Осаждение кальция в виде оксалата и отделение оксалата

Отбирают пипеткой (5.6) 5 мл прозрачного фильтрата (см. 8.2.1), 5 мл раствора трихлоруксусной кислоты II (4.2), 2 мл раствора оксалата аммония (4.3), две капли раствора метилового красного (4.4) и 2 мл раствора уксусной кислоты (4.5) в центрифужную пробирку (5.5). Перемешивают путем взбалтывания.

Добавляют в полученный в пробирке раствор по каплям раствор аммиака I (4.6) до тех пор, пока окраска не станет бледно-желтой. Затем добавляют несколько капель раствора уксусной кислоты (4.5) до тех пор, пока окраска не станет розовой. Оставляют в покое на 4 ч при комнатной температуре.

Разбавляют содержимое центрифужной пробирки до 20 мл водой. Центрифугируют пробирку при ускорении 1 400g в течение 10 мин. Удаляют прозрачную надосадочную жидкость из центрифужной пробирки с помощью отсасывающего устройства (5.7).

Промывают стенки центрифужной пробирки 5 мл раствора аммиака II (4.7), обращая внимание на то, чтобы не потревожить осадок оксалата кальция. Центрифугируют пробирку при ускорении 1 400g в течение 5 мин. Удаляют надосадочную жидкость из центрифужной пробирки с помощью отсасывающего устройства (5.7).

Дважды повторяют процедуру промывки.

#### 8.2.3 Титрование

Добавляют 2 мл серной кислоты (4.8) и 5 мл воды к осадку оксалата кальция (см. 8.2.2).

Помещают пробирку на кипящую водяную баню (5.8) для полного растворения осадка оксалата кальция. Титруют растворенный оксалат кальция раствором перманганата калия (4.9) до тех пор, пока сохраняется розовая окраска. Обращают внимание на то, чтобы во время титрования температура раствора оставалась выше 60 °С.

Записывают объем, в миллилитрах, израсходованного раствора перманганата калия с точностью до 0,01 мл.

#### 8.2.4 Контрольный опыт

Параллельно с определением проводят контрольный опыт, используя 20 мл воды вместо пробы для анализа.

Записывают объем, в миллилитрах, израсходованного раствора перманганата калия с точностью до 0,01 мл.

## 9 Расчет и выражение результатов

### 9.1 Расчет

Рассчитывают содержание кальция,  $w_{Ca}$ , выраженное в процентах массовой доли, по следующей формуле:

$$w_{Ca} = 0,0004(V - V_0) \times \frac{1000f}{m}$$
$$= 0,4(V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

где

$V$  объем, в миллилитрах, раствора перманганата калия, израсходованного при титровании пробы для анализа (см. 8.2.3);

$V_0$  объем, в миллилитрах, раствора перманганата калия, израсходованного в контрольном опыте (см. 8.2.4);

$m$  масса, в граммах, пробы для анализа;

$f$  поправочный коэффициент, приведенный в Таблице 1, на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислотой.

Таблица 1 — Поправочный коэффициент,  $f$ , в зависимости от содержания жира в пробе

Содержание жира в пробе % массовой доли	Поправочный коэффициент $f$
3,5 - 4,5	0,972
3	0,976
2	0,980
1	0,985
< 0,1	0,989

### 9.2 Выражение результатов

Выражают результат с точностью до третьего десятичного знака.

## 10 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним аналитиком при использовании одной и той же аппаратуры в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать 0,002 %.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать по меньшей мере следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на данный международный стандарт (ISO 12081|IDF 36:2010);
- d) 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;
- e) полученный(ые) результат(ы) испытания;
- f) в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 12081:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>

## Библиография

- [1] ISO 385, *Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки*
- [2] ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*
- [3] ISO 707|IDF 50, *Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб*
- [4] ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 12081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>