

---

---

**Молоко и жидкие молочные продукты.  
Руководящие указания по применению  
инфракрасной спектроскопии в  
средней области инфракрасного  
излучения**

*Milk and liquid milk products — Guidelines for the application of mid-  
infrared spectrometry*  
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>

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



Ссылочный номер  
ISO 9622:2013(R)  
IDF 141:2013(R)

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9622:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>



## ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO/IDF 2013

Все права сохраняются. Если не задано иначе, 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 офиса ISO по адресу, указанному 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  
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • 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
<b>1 Область применения .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки .....</b>	<b>1</b>
<b>3 Термины и определения .....</b>	<b>1</b>
<b>4 Принцип .....</b>	<b>2</b>
<b>5 Главные характеристики инфракрасных приборов.....</b>	<b>2</b>
<b>6 Факторы, влияющие на измерения.....</b>	<b>2</b>
6.1 Инструментальные факторы.....	2
6.2 Физико-химические и биологические факторы .....	6
<b>7 Калибровка прибора .....</b>	<b>9</b>
7.1 Цель .....	9
7.2 Спектральные калибровочные модели.....	10
7.3 Ключевые настройки.....	11
7.4 Проверка угловых коэффициентов .....	11
<b>8 Отбор проб.....</b>	<b>12</b>
<b>9 Определение.....</b>	<b>12</b>
<b>10 Проверка ежедневной краткосрочной стабильности прибора .....</b>	<b>12</b>
10.1 Общие вопросы .....	12
10.2 Приготовление и хранение испытательных образцов.....	12
10.3 Анализ контрольных образцов .....	13
10.4 Мониторинг аналитической процедуры .....	13
10.5 Повторная регулировка настроек прибора .....	13
<b>11 Прецизионность .....</b>	<b>14</b>
11.1 Повторяемость .....	14
11.2 Внутрिलाбораторная воспроизводимость .....	14
11.3 Воспроизводимость .....	15
<b>12 Протокол испытания.....</b>	<b>15</b>
<b>Библиография.....</b>	<b>16</b>

## 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, заинтересованный в деятельности, для 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. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Процедуры, используемые для разработки настоящего документа, и процедуры, предназначенные для его последующего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, должны быть указаны разные критерии подхода к различным типам документов ISO. Проект настоящего документа был разработан по редакционным правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)

Обращается внимание на возможность того, что некоторые элементы данного международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении или в списке ISO полученных патентных деклараций. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Комитетом, ответственным за этот документ, является ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитет SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международная молочная федерация (IDF). Он публикуется совместно ISO и IDF.

Настоящее второе издание совместного документа ISO 9622|IDF 141 отменяет и заменяет первое издание (ISO 9622:1999), которое было технически пересмотрено.

## Предисловие

Международная молочная федерация (IDF) является некоммерческой организацией, представляющей молочный сектор в мировой экономике. Членами IDF являются национальные комитеты в каждой стране-члене, а также региональные молочные ассоциации, подписавшие официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. Все члены IDF имеют право быть представленными в постоянных комитетах IDF, выполняющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO в разработке стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Главной задачей постоянных комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые рабочими группами и постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 50% национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

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

ISO 9622|IDF 141 был разработан Международной молочной федерацией (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Он публикуется совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена Совместной проектной группой ISO-IDF по Руководству применением инфракрасной спектроскопии в средней области инфракрасного спектра Постоянного комитета по *Статистике и автоматизации (SCSA)* под эгидой руководителей проекта господина P. Sauve (шт. Калифорния, США) и господина H. van den Bijgaart (Нидерланды).

Настоящее второе издание совместного документа ISO 9622|IDF 141 отменяет и заменяет IDF 141C:2000, которое было технически пересмотрено.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>



# Молоко и молочные продукты. Руководящие указания по применению инфракрасной спектроскопии в средней области инфракрасного излучения

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт дает руководящие указания для количественного анализа молока и жидких молочных продуктов, таких как сырое молоко, обработанное молоко, сливки и сыворотка, путем измерения поглощения инфракрасного (ИК) излучения в средней области ИК-спектра.

Дополнительные встроенные измерительные средства, такие как датчик проводимости, могут улучшить работу по определению параметров состава и ввести поправки в оценку других параметров.

Руководящие указания применяются для анализа коровьего молока. Также настоящие указания применимы для анализа молока других видов молочного скота (коз, овец, буйволов и др.) и получаемых жидких молочных продуктов при условии проведения соответствующих калибровок и установленных процедур контроля.

Применение ограничено продуктами низкой вязкости, которые можно перекачивать через проточную систему анализатора, и аналитами, которые не дают оптической насыщенности при заданных длинах волн.

(standards.iteh.ai)

## 2 Нормативные ссылки

[ISO 9622:2013](#)

Следующие ссылочные нормативные документы целиком или частично 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 8196|IDF 128 (все части), *Молоко. Определение и оценка общей точности косвенных методов анализа молока*

ISO 8968-1|IDF 20-1, *Молоко. Определение содержания азота. Часть 1. Метод Кьельдаля*

ISO 8968-2|IDF 20-2, *Молоко. Определение содержания азота. Часть 2. Метод минерализации в блоке (Макрометод)*

ISO 8968-5|IDF 20-5, *Молоко. Определение содержания азота. Часть 5. Определение содержания протеинового азота*

Примечание Другие нормативные документы можно использовать в зависимости от конкретного применения или калибровки автоматизированного анализатора.

## 3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются термины и определения, данные в ISO 8196|IDF 128 (все части), и нижеследующие.

### 3.1

#### **спектральная калибровка спектральная калибровочная модель spectrum calibration model**

калибровка, основанная на комбинации сигналов оптической плотности при нескольких длинах волн (>2) в средней области инфракрасного спектра или сигналов от других датчиков, математически оптимизированных, чтобы получить наилучшую оценку для нужного параметра

### 3.2

#### **калибровка по угловым коэффициентам регрессии slope and intercept calibration**

коэффициенты простой линейной регрессии, установленные из регрессии наименьших квадратов оптимизированных показаний прибора, по сравнению с результатами, полученными физико-химическими стандартными методами

## 4 Принцип

После предварительной обработки и гомогенизации, если требуется, пробу измеряют инфракрасным спектрометром, который записывает величину поглощенного излучения как коэффициент пропускания при конкретных длинах волн в средней области инфракрасного спектра. Эти спектральные данные преобразуют в оценки составляющих концентраций или других физико-химических параметров посредством калибровочных моделей, разработанных по репрезентативным выборкам из совокупности, подлежащей анализу. Для некоторых параметров, т.е. эквивалентов точки замерзания, сигналы от дополнительно установленных датчиков, могут быть введены в калибровочную модель.

## 5 Главные характеристики инфракрасных приборов

Сигналы при соответствующих длинах волн могут быть получены путем использования или интерферограмм Фурье или оптических фильтров. Приборы и применяемые калибровочные модели могут различаться по числу специфических длин волн, используемых при оценивании требуемых параметров.

Инфракрасный прибор является фирменным оборудованием, которое при использовании в условиях, определяемых в настоящем международном стандарте, обеспечивает оценки состава и других параметров молока и жидких молочных продуктов.

## 6 Факторы, влияющие на измерения

### 6.1 Инструментальные факторы

#### 6.1.1 Повторяемость

Чтобы проверить повторяемость прибора, анализируют однородный репрезентативный образец 12 раз подряд как минимум. Результаты первых двух измерений отбрасываются для сведения к минимуму эффектов переноса. Вычисленная повторяемость должна соответствовать пределам повторяемости для рассматриваемого параметра и матрицы пробы.

#### 6.1.2 Устойчивость нуля

Чтобы проследить устойчивость нуля, холостой образец (воду или нулевой раствор) периодически анализируют во время повседневного использования прибора. Дрейф должен быть относительно небольшим и случайным относительно направления ( $\pm$ ), так чтобы результирующий дрейф был минимальным. График временной зависимости дрейфа нуля является эффективным средством для прослеживания стабильности прибора.



**ПРИМЕЧАНИЕ** Некоторые приборы имеют заводскую настройку для автокоррекции нуля с регулярными интервалами. Имеется в виду, что операторы анализируют эти автоматические корректировки, чтобы результирующий дрейф не был превышен.

### 6.1.3 Гомогенизация

Для проверки эффективности гомогенизатора проводят два последовательных анализа, сначала с образцом негомогенизированного цельного молока и затем с тем же самым образцом цельного молока, после того как он был гомогенизирован приборным гомогенизатором. При определении среднего для показаний жира в пяти параллельных измерениях разность между этими пятью показаниями не должна превышать 0,04 % для молочного образца с массовой долей молочного жира 4,0 %. Чтобы вычислить подходящий критерий приемки/отбраковки для концентраций молочного жира, отличающихся от 4,0 %, умножают фактическое содержание жира на 0,01 для получения новых критериев.

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** Эта процедура применима только для тех приборов, в которых можно выделять и собирать гомогенизированный слив.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Для применений, включающих матрицы проб с высоким содержанием жира (например, необработанные сливки), рекомендуется проверять эффективность гомогенизации, используя репрезентативные жирные образцы. Конкретные параметры для работы гомогенизатора зависят от матрицы пробы.

**ПРИМЕЧАНИЕ 3** Показания прибора для каждого жирового компонента молока (например, отдельные жирные кислоты или группы жирных кислот) зависят от эффективности гомогенизации. Различные длины волн, используемые в калибровочных моделях, приводят к неодинаковой чувствительности на эффективность гомогенизатора и, возможно, к более крупным относительным эффектам, чем для жира. При измерении таких жировых компонентов молока следует тестировать эффективность гомогенизатора относительно этих компонентов, и разница не должна превышать предел повторяемости для данного компонента.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Результаты этого испытания могут ввести в заблуждение, так как прибор, в котором гомогенизатор совсем не работает, показывает очень маленькую разницу между первым и вторым прогоном.**

Альтернативная процедура состоит в получении негомогенизированного и гомогенизированного образцов из одного и того же молока путем отбора сырого и обработанного молока из одного и того же резервуара на молочном предприятии или путем приготовления меньших объемов с помощью стендового или экспериментального гомогенизатора. Затем измеряют негомогенизированный и гомогенизированный образцы одного и того же молока и сравнивают разницу результатов с вышеупомянутым критерием приемки/отбраковки.

Предполагается, что эффективность гомогенизации внешнего гомогенизатора хорошая. Она может быть верифицирована посредством анализа распределения частиц по размерам в гомогенизированном молоке. Приемлемое распределение жировых шариков по размеру характеризуется диаметром  $d(0,9)$  от 1,4 мкм до 1,5 мкм [ $d(0,9)$  означает, что 90 % жировых шариков молока имеют диаметр меньше, чем  $d$ ].<sup>[17]</sup>

Некоторые приборы позволяют пользователю отслеживать величину показателя гомогенизации, чтобы контролировать работу гомогенизатора. Следует соблюдать руководящие указания изготовителя.

Мониторинг повторяемости прибора может также дать ценную информацию о состоянии гомогенизатора. Если повторяемость для гомогенизированного молока удовлетворительная, а для сырого молока низкая (более чем удвоенная изменчивость), то вероятно, что гомогенизатор не работает на приемлемом уровне.

#### 6.1.4 Линейность

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Проверка линейности, описанная в этом подразделе, относится только к измерениям основных компонентов молока. Проверки линейности для других применений, в частности для продуктов повышенной жирности или для измерения других параметров, а не основных составляющих, будут отличаться. В этих случаях нужно следовать руководящим указаниям изготовителя.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Линейность можно оценивать или на основе масса/масса или на основе масса/объем. Поскольку приборная кювета удерживает конкретный объем образца, наилучшей будет оценка на основе масса/объем. В любом случае растворы для проверки линейности готовят путем точного взвешивания долей. Чтобы оценить линейность на основе массы, должны быть проведены точные измерения плотности и выполнены вычисления для соответствующих преобразований.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Перед оценкой линейности необходимо удостовериться, что приборный гомогенизатор функционирует нормально (см. 6.1.3).

Чтобы проверить линейность для каждого из основных компонентов, готовят не менее 10 растворов известной концентрации, которые охватывают типичный диапазон для данного компонента. Рекомендуются следующие растворы.

- a) Гомогенизированные сливки с массовой долей жира 8 %, разбавленные обезжиренным молоком или нулевым раствором, чтобы проверить линейность для определения содержания жира. Если гомогенизированных сливок с этой концентрацией жира нет в наличии, то можно также использовать негомогенизированные сливки, при условии что прибор нормально функционирует при допустимом уровне (см. 6.1.3).
- b) Ультрафильтрационный (UF) ретентат обезжиренного молока, разбавленный ультрафильтратом, чтобы проверить линейность для определения содержания белка. Альтернативно можно также использовать концентрат белка молочной сыворотки, казеинат натрия, пропионат кальция, порошок обезжиренного молока или сгущенное обезжиренное молоко, разбавленные дистиллированной водой. Исходный раствор должен содержать массовую долю протеина приблизительно 5,5 %.
- c) Раствор моногидрата лактозы 60 г/л, разбавленный водой, или минеральный раствор молока<sup>[14]</sup>, чтобы проверить линейность для определения содержания лактозы.

При использовании исходного раствора, который имеет концентрацию в верхнем конце диапазона, могут быть сделаны разбавления согласно Таблице 1:

Таблица 1. Последовательные разбавления

Часть исходного раствора	Часть разбавителя	Относительная концентрация
100	0	1,0
90	10	0,9
80	20	0,8
70	30	0,7
60	40	0,6
50	50	0,5
40	60	0,4
30	70	0,3
20	80	0,2
10	90	0,1
0	100	0,0

Концентрации растворов должны регулярно возрастать от нуля до верхних пределов показаний прибора.

Для каждого образца проводят три параллельных измерения, усредняют результаты и вычисляют уравнение линейной регрессии  $y = bx + a$ . Применяют линейную регрессию, откладывая ожидаемые значения в расчете на один образец по оси  $x$  и измеренные значения в расчете на один образец по оси  $y$ . Вычисляют остатки  $e_i = y_i - (bx_i + a)$  регрессии. Строят график зависимости остатков  $e_i$  (ось  $y$ ) от ожидаемых значений (ось  $x$ ). Визуальный контроль измерительных точек обычно дает достаточно информации о линейности сигнала. Любые резко отклоняющиеся остатки следует исключить и повторить процесс вычисления с оставшимися данными перед применением следующей проверки.

Если наблюдается искривление, оно может быть выражено отношением,  $r$ , с использованием Уравнения (1):

$$r = \frac{e_{\max} - e_{\min}}{(M_{\max} - M_{\min})} \times 100 \quad (1)$$

где

$e_{\max}$  численное значение максимального остатка регрессии;

$e_{\min}$  численное значение минимального остатка регрессии;

$M_{\max}$  численное значение верхнего измеренного предела для серии рассматриваемых образцов;

$M_{\min}$  численное значение нижнего измеренного предела для серии рассматриваемых образцов.

Отношение,  $r$ , должно быть меньше 2 %. Если это значение заменяется, оптимальный результат можно получить, проводя отдельные калибровки для различных диапазонов.

В конечном счете, регулируют линейность отклика прибора на данный компонент согласно инструкциям изготовителя. См. также Ссылку [18].

**ПРИМЕЧАНИЕ** Альтернативно можно объединять проверку линейности с калибровкой по угловым коэффициентам.

### 6.1.5 Перенос

Перенос определяется как остаточный объем предыдущего образца в процентном отношении ко всему объему приборной кюветы после однократного перекачивания образца через эту кювету.

Внутренние факторы/вытекания, влияющие на перенос, включают настройки насоса, недостатки проточной системы и компенсационные факторы. К внешним факторам, влияющим на перенос, относится перемещение из мешалки и пипетки.

Чтобы оценить перенос для полной системы, включая перенос из применяемой автоматической пробоотборной системы, пропускают образцы из 20 отдельных сосудов, используя всю систему.

Чтобы оценить перенос только для проточной системы, пропускают образцы вручную, вытирая дочиста пипетку между циклами.