МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 5537— 2015

МОЛОКО СУХОЕ

Определение содержания влаги (контрольный метод)

(ISO 5537:2004, IDF 26:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2015 г. № 75-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 мая 2016 г. № 292-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 5537—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 5537:2004 «Молоко сухое. Определение содержания влаги (контрольный метод)» («IDF 26:2004 Dried milk — Determination of moisture content (reference method», IDT)

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Термины и определения . . . 1
3 Сущность метода . . . 1
4 Оборудование . . . 1
5 Отбор проб . . . 2
6 Подготовка пробы для испытания . . . 2
7 Проведение испытания . . . 2
7.1 Подготовка колонки . . . 2
7.2 Подготовка пробы . . . 3
7.3 Определение . . . 3
8 Расчет и представление результатов . . . 3
8.1 Расчет . . . 3
8.2 Обработка результатов . . . 3
9 Прецизионность . . . 4
9.1 Межлабораторное испытание . . . 4
9.2 Повторяемость . . . 4
9.3 Воспроизводимость . . . 4
10 Протокол испытаний . . . 4
Приложение А (справочное) Сушильный аппарат . . . 5
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторного испытания . . . 6
Библиография . . . 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО СУХОЕ

Определение содержания влаги (контрольный метод)

Dried milk. Determination of moisture content (reference method)

Дата введения — 2017—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные материалы, операции и оборудование. Настоящий стандарт не охватывает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания влаги в сухом молоке.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 содержание влаги (moisture content): Массовая доля веществ, определенная методом, установленным в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание влаги выражается в процентах от массы.

3 Сущность метода

Пробу сушат в сушильном шкафу, пропуская сухой воздух при температуре 87 °С в течение 5 ч. Определяют потерю массы пробы (которая связана с содержанием «нехимически связанной» воды).

4 Оборудование

Для проведения измерений используют стандартное лабораторное оборудование.

4.1 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 1 мг, с ценой деления 0,1 мг.

4.2 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру 87 °С ± 1 °С, с принудительной вентиляцией, термостатом, со следующим оборудованием (рисунок А.1).

4.2.1 Металлический блок, с каналами диаметром 4,3 мм, содержащий колонки (4.4) в сушильном шкафу.

4.2.2 Медные трубки, длиной 1500 мм, внутренним диаметром 2 мм, подключенные к металлическому блоку в сушильном шкафу.

4.2.3 Регулятор постоянного давления, с ограничителями, способными доставлять 33 $см^3$/мин сухого воздуха для каждой колонки в сушильном шкафу.

Издание официальное

4.2.4 Труба, изготовленная из поликарбоната, длиной 350 мм, диаметром 40 мм, наполненная силикатным гелем с гигрометрическим индикатором.

Перед использованием силикатный гель высушивают при 150 °С в течение более 12 ч. Используют сухой сжатый воздух (4.11), следят за отсутствием изменения цвета гигрометрического индикатора.

4.3 Испаритель, содержащий свежевысушенный силикатный гель с гигрометрическим индикатором.

4.4 Колонки, изготовленные из жесткого полипропилена (Phenomenex 1213—10211)[1)], длиной 90 мм, внутренним диаметром 20 мм, с двумя фильтрами из полиэтилена (Phenomenex 1212—1023) [1)], суженными к одному концу, чтобы поместиться на блоке (4.2.1).

4.5 Синтетические пробки, изготовленные из мягкого полиэтилена (Emergo 20273 B198 и 20371 U1)[1)].

4.6 Контейнер, подходящий для удержания колонок (4.4).

4.7 Контейнер, подходящий для фиксации синтетических пробок (4.5).

4.8 Стержень, изготовленный из поливинилхлорида (ПВХ), длиной 120 мм, диаметром 18 мм, подходящий для размещения полиэтиленовых фильтров в колонке (4.4).

4.9 Пинцет, подходящий для удаления полиэтиленовых фильтров из колонки (4.4).

4.10 Пленочный расходомер, подходящий для измерения потока 33 $см^3$/мин.

4.11 Сухой сжатый воздух, минимальное давление 200 кПа, содержание влажности $\leq 0{,}01$ MgH_2O на $дм^3$ при атмосферном давлении, без какого-либо органического материала. Металлические трубки используют только для подключения источника сжатого воздуха к оборудованию в сушильном шкафу (4.2).

4.12 Контейнер, изготовленный из стекла, снабженный герметичной крышкой.

Примечание — Оборудование, указанное в 4.2 и в 4.4—4.8, имеется в продаже (например, Elbanton и Funke Gerber) [1)]. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого оборудования.

5 Отбор проб

В лабораторию должна быть доставлена представительная проба. Во время транспортирования и хранения не допускается какое-либо ее изменение или порча.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [1].

6 Подготовка пробы для испытания

Анализируемую пробу переносят в сухой, герметично закрытый контейнер (4.12), вместимость которого примерно в два раза превышает объем пробы. Смешивают, интенсивно вращая и встряхивая контейнер.

Используют статистический план отбора проб, если есть доказательство неоднородности образца даже после интенсивного перемешивания, упомянутого выше.

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка колонки

7.1.1 Регулятор постоянного давления настраивают примерно на 100 кПа. Измеряют с помощью пленочного расходомера (4.10) воздушный поток каждого канала. Вычисляют средний поток в канале. При необходимости давление регулируют, чтобы получить средний воздушный поток 33 $см^3$/мин в каждом канале.

7.1.2 Обе синтетические пробки убирают с колонки (4.4). Помещают пробки в контейнер (4.7) и хранят при комнатной температуре.

7.1.3 Размещают колонки с фильтрами, установленными в нужном положении, как показано на рисунке А.1, в металлический блок (4.2.1) в шкафу (4.2) при 87 °С не менее чем на 1 ч. При размещении колонки используют небольшое давление для создания герметичного соединения.

[1)] Phenomenex и Emergo являются примерами подходящих продуктов, которые имеются в продаже. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этих марок.

7.1.4 Колонку достают из сушильного шкафа и закрывают ее синтетическими пробками (7.1.2). Помещают закрытую колонку в контейнер (4.6) с другими подготовленными колонками. Помещают контейнер и колонки в испаритель (4.3). Закрывают испаритель и дают охладиться в течение 60 ± 5 мин.

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 После охлаждения (7.1.4) сразу достают одну закрытую колонку из контейнера, оставляя контейнер в испарителе. Закрывают испаритель сразу после изъятия колонки. Взвешивают закрытую колонку с точностью до 1 мг, записывают массу, указывая значение с точностью до четырех знаков после запятой.

7.2.2 Удаляют синтетические пробки из предварительно взвешенных колонок (7.2.1). С помощью пинцетов (4.9) из колонки удаляют верхний фильтр. Пробки и фильтр держат в сухом месте в комнате для взвешивания.

7.2.3 В колонку добавляют 5,0 ± 0,3 г подготовленной лабораторной пробы (раздел 6). Используя стержень (4.8), ставят верхний фильтр в исходное положение в колонке. Удаляют все сухое молоко выше фильтра чистой тканью. Закрывают колонку синтетическими пробками (7.2.2).

7.2.4 Сразу взвешивают закрытую колонку с точностью до 1 мг, записывают массу, указывая значение с точностью до четырех знаков после запятой. Открывают испаритель, помещают закрытую колонку в контейнер и снова закрывают его.

7.2.5 Если анализ включает более одного образца, подготавливают все пробы, повторяя процедуру, приведенную в 7.2.1—7.2.4, для каждой отдельной пробы. Единовременно занимаются только одной колонкой.

7.3 Определение

7.3.1 Открывают испаритель. Одновременно из контейнера берут одну закрытую колонку с подготовленной пробой (7.2.4). Снимают обе синтетические пробки с каждой колонки. Размещают пробки в контейнере (4.7) и хранят при комнатной температуре.

7.3.2 Помещают каждую колонку и ее содержимое в металлический блок (4.2.1), который помещается в сушильный шкаф (4.2). При полной готовности шкаф закрывают. Колонки и их содержимое высушивают в шкафу (4.2) при 87 °С в течение 5 ч.

7.3.3 После сушки каждую колонку извлекают из металлического блока. Заменяют обе синтетические пробки. Открывают испаритель и помещают высушенные колонки и их содержимое в контейнер (4.6). После помещения последней колонки в контейнер испаритель немедленно закрывают. Охлаждают в течение 60 ± 5 мин.

7.3.4 После охлаждения (7.3.3) испаритель открывают и в случае, если используется более одной пробы, одну закрытую колонку в короткий промежуток времени достают из контейнера, оставив контейнер в испарителе. Закрывают испаритель сразу после извлечения колонки. Взвешивают закрытую колонку с точностью до 1 мг, записывают массу, указывая значение с точностью до четырех знаков после запятой.

8 Расчет и представление результатов

8.1 Расчет

Рассчитывают массовую долю влаги в образце w по следующей формуле:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\ \%,$$

где m_0 — масса колонки, фильтров и пробок (7.2.1), г;

m_1 — масса пробы для анализа, колонок, фильтров и пробок перед сушкой (7.2.4), г;

m_2 — масса пробы для анализа, колонок, фильтров и пробок после сушки (7.3.4), г.

8.2 Обработка результатов

Результаты выражают с точностью до двух знаков после запятой.

9 Прецизионность

9.1 Межлабораторное испытание

Информация о межлабораторном испытании на прецизионность метода приведена в приложении В. Значения, полученные в результате межлабораторного испытания, не могут быть применимы к иным интервалам концентрации и матрицам, кроме приведенных.

9.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, полученными в результате применения одного и того же метода при исследовании идентичного анализируемого материала в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, должна превышать 0,15 % не более чем в 5 % случаев.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, полученными в результате применения одного и того же метода при исследовании идентичного анализируемого материала в разных лабораториях различными операторами, использующими различное оборудование, должна превышать 0,20 % не более чем в 5 % случаев.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) метод отбора проб, если он известен;

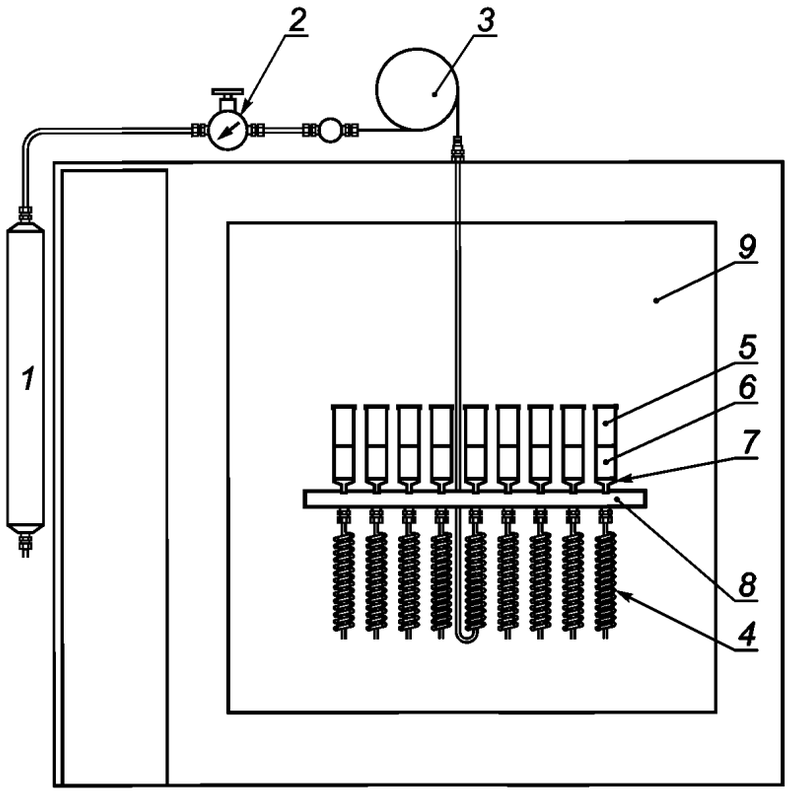
c) применяемый метод испытаний, со ссылкой на настоящий стандарт;

d) любые особенности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, а также сведения о любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результат(ы) испытаний;

e) результат(ы) испытаний, или если проводилась проверка повторяемости, то окончательный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Сушильный аппарат



1 — тюбик из поликарбоната; *2* — регулятор постоянного давления; *3* — ограничитель; *4* — медная трубка; *5* — фильтр из полиэтилена; *6* — контейнер; *7* — фильтр из полиэтилена; *8* — металлический блок; *9* — сушильный шкаф

Примечание 1 — Каждая жесткая колонка из полипропилена в металлическом блоке отдельно подключается к медной трубке (внутри шкафа длиной 1,5 см). Вне шкафа, каждая медная трубка подключена к ограничителю с входным давлением около 1 бар.

2 — В процессе сушки сухой воздух нагревается в сушильном шкафу через медную трубку (длиной 1,5 м и внутренним диаметром 2 мм) и затем пропускается через колонки с сухим молоком.

Рисунок А.1 — Аппарат для определения содержания влаги в сухом молоке

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Международное совместное испытание [5] с участием восьми лабораторий было проведено по восьми образцам из цельного сухого молока (WMP) и сухого обезжиренного молока (SMP), полученного из Австрии (1), Финляндии (2) и Испании (3) соответственно. Уровни содержания влаги в образцах варьировались от массовой доли 2,38 % до 3,93 %.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [2]* и [3]* для предоставления точных данных, приведенных в таблице В.1.

Таблица В.1 — Результаты межлабораторного испытания

	Сухое обезжиренное молоко (1)	Сухое обезжиренное молоко (2)	Сухое обезжиренное молоко (3)	Цельное сухое молоко (1)	Цельное сухое молоко (2)	Цельное сухое молоко (3)
Количество участвующих лабораторий после устранения выбросов	8	8	8	8	8	8
Среднее значение, %	3,62	3,57	3,93	2,52	3,16	2,38
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,052	0,085	0,053	0,045	0,035	0,049
Коэффициент изменения повторяемости, %	1,44	2,38	1,34	1,80	1,11	2,06
Предел повторяемости r, (2,8 s_r), %	0,146	0,238	0,148	0,126	0,084	0,137
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,058	0,096	0,074	0,055	0,060	0,098
Коэффициент изменения повторяемости, %	1,61	2,69	1,89	2,19	1,89	4,11
Предел повторяемости R, (2,8 s_R), %	0,162	0,296	0,207	0,154	0,168	0,274

* В Российской Федерации действуют ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения», ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений» и ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода».

Библиография

[1] ISO 707:2008[1)] Milk and milk products — Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] ISO 5725-1:1994* Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)

[3] ISO 5725-2:1994* Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

[4] Grobecker, K.H., Rückold, S. and Anklam, E. Determination of the water content in milk powder: Report of a collaborative study performed in the period. European Commission Report (August 1999), EU — DG JRC — IRMM & IHCP
(Определение содержания воды в сухом молоке)

[5] De Knegt, R.J. and Brink, H. v.d. Improvement of the Drying Oven Method for the Determination of the Moisture Content of Milk Powder, Int. Dairy Journal, 8, 1998, pp. 733—738
(Улучшение метода сушильного шкафа по определению содержания влаги в сухом молоке)

[1)] Аналог IDF 50:2008.

* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов Российской Федерации.

УДК 637.143.04(083.74)(476) МКС 67.100.10 IDT

Ключевые слова: молоко сухое, влага, проба, отбор проб

Редактор *Т.С. Ложникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 26.07.2016. Подписано в печать 17.08.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 43 экз. Зак. 1962.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru