

---

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

## 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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, 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 |

**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<sup>3</sup>/мин сухого воздуха для каждой колонки в сушильном шкафу.

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 свежесушеный силикатный гель с гигрометрическим индикатором.

4.4 Колонки, изготовленные из жесткого полипропилена (Phenomenex 1213—10211)<sup>1)</sup>, длиной 90 мм, внутренним диаметром 20 мм, с двумя фильтрами из полиэтилена (Phenomenex 1212—1023)<sup>1)</sup>, 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)<sup>1)</sup>.

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<sup>3</sup>/мин.

4.11 Сухой сжатый воздух, минимальное давление 200 кПа, содержание влаги ≤ 0,01 мгН<sub>2</sub>О на дм<sup>3</sup> 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)<sup>1)</sup>. 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<sup>3</sup>/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.

<sup>1)</sup> 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  $60 \pm 5$  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  $5,0 \pm 0,3$  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. Одновременно 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  $87^\circ\text{C}$  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  $60 \pm 5$  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.

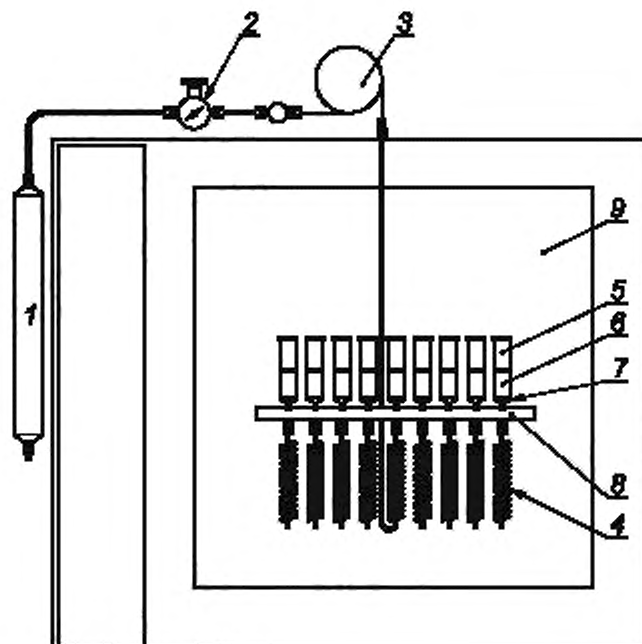
## 10 Протокол испытаний

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 — тубик 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 пропускаяется 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.

**Т а б л и ц а 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<sup>1)</sup> 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)

<sup>1)</sup> Аналог IDF 50:2008.

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

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 80×84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 43 экз. Зак. 1982.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)