



ÖNORM EN ISO 5764

Ausgabe: 2002-09-01

Normengruppe N

Ident (IDT) mit ISO 5764:2002 (Übersetzung)

Ident (IDT) mit EN ISO 5764:2002

ICS 67.100.10

Milch – Bestimmung des Gefrierpunktes – Thermistor-Kryoskop-Verfahren (Referenzverfahren)

(ISO 5764:2002)

Milk – Determination of freezing point – Thermistor cryoscope method (Reference method) (ISO 5764:2002)

Lait – Détermination du point de congélation – Méthode au cryoscope à thermistance (Méthode de référence) (ISO 5764:2002)

Die Europäische Norm EN ISO 5764 hat den Status einer Österreichischen Norm.

Die ÖNORM EN ISO 5764 besteht aus

- diesem nationalen Deckblatt sowie
- der offiziellen deutschsprachigen Fassung der EN ISO 5764:2002.

Fortsetzung
EN ISO 5764 Seiten 1 bis 20

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN ISO 5764

Mai 2002

ICS 67.100.10

Deutsche Fassung

**Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes - Thermistor-Kryoskop-
Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 5764:2002)**

Milk - Determination of freezing point - Thermistor
cryoscope method (Reference method) (ISO 5764:2002)

Lait - Détermination du point de congélation - Méthode au
cryoscope à thermistance (Méthode de référence) (ISO
5764:2002)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. Mai 2002 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

EN ISO 5764:2002 (D)**Inhalt**

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	8
8 Kalibrierung des Thermistor-Kryoskops	8
9 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	9
9.1 Vorbereitung	9
9.2 Probenzustand	9
10 Durchführung	9
10.1 Vorprüfungen	9
10.2 Routineüberprüfung der Kalibrierung	9
10.3 Bestimmung	9
11 Auswertung	10
11.1 Berechnung	10
11.2 Angabe der Ergebnisse	10
12 Präzision	11
12.1 Ringversuch	11
12.2 Wiederholpräzision	11
12.3 Vergleichpräzision	11
13 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	12
Anhang B (informativ) Leitfaden zur Anwendung von Routineverfahren mit Thermistor-Kryoskopen	14
Anhang C (informativ) Anpassung des als Referenzwert für Originalmilch verwendeten Gefrierpunktwertes	18
Literaturhinweise	19
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	20

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 5764:2002 des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Lebensmittelerzeugnisse“ der International Organization for Standardization (ISO) wurde als Europäische Norm durch das Technische Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2002 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 5764:1987), die technisch überarbeitet wurde, und setzt diese außer Kraft.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 5764:2002 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

EN ISO 5764:2002 (D)

Einleitung

Bei dem in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren zur Bestimmung des Gefrierpunktes von Milch wird ein Thermistor-Kryoskop verwendet, in dem eine thermostatisch geregelte Vorrichtung gekühlt und eine Thermistorsonde zur Messung des Gefrierpunktes verwendet wird.

Bei diesem Referenzverfahren ist die Verwendung von Geräten erforderlich, die ein Plateau messen. Für Routinemessungen können andere Thermistor-Kryoskop-Verfahren, z. B. Verfahren mit Messung nach einer Festzeit, verwendet werden. Ein Leitfaden für die Anwendung anderer Verfahren ist in Anhang B angegeben.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Referenzverfahren zur Bestimmung des Gefrierpunktes von roher, pasteurisierter, ultrahoherhitzter (UHT) oder sterilisierter Vollmilch, teilentrahmter und entrahmter Milch (Magermilch) mit einem Thermistor-Kryoskop fest.

Der Gefrierpunkt kann zur Abschätzung des Anteils von Fremdwasser in Milch verwendet werden. Die Berechnung der Menge von Fremdwasser wird durch Tagesschwankungen, saisonale Schwankungen usw. erschwert und liegt nicht innerhalb des Anwendungsbereichs dieser Internationalen Norm.

Ergebnisse von Untersuchungsproben, deren titrierbare Acidität über 20 ml an 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung je 10 g fettfreier Trockenmasse beträgt, sind für die Milch im Originalzustand als nicht repräsentativ anzusehen.

ANMERKUNG Sterilisation und Pasteurisierung im Vakuum können den Gefrierpunkt von Milch beeinflussen (siehe [6]).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 1042, *Laboratory glassware — One mark volumetric flasks.*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods.*

ISO 6091, *Dried milk — Determination of titratable acidity (Reference method).*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gilt der folgende Begriff.

3.1

Gefrierpunkt von Milch

der unter Anwendung des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens ermittelte Wert

ANMERKUNG Der Gefrierpunkt wird in Milligrad Celsius (m°C) angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Eine Untersuchungsprobe der Milch wird auf eine geeignete Temperatur unterkühlt und Kristallisation mit Mitteln induziert, die ausreichend sind, um eine sofortige Freisetzung von Wärme zu bewirken, wobei sich die Untersuchungsprobe gleichzeitig auf ein Temperaturplateau erwärmt. Dieses ist erreicht, wenn der Temperaturanstieg innerhalb der letzten 20 s $0,5\text{ m}^{\circ}\text{C}$ nicht überschritten hat. Die so erhaltene Temperatur entspricht dem Gefrierpunkt der Milchprobe.

Das Gerät wird kalibriert, indem es unter Anwendung des gleichen Verfahrens wie für die Milcheinwaagen auf die richtigen Anzeigen für zwei Natriumchlorid-Standardlösungen eingestellt wird.

5 Chemikalien

Falls nicht anders festgelegt, sind nur Chemikalien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

5.1 Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 oder Wasser gleicher Qualität, destilliert in einer Apparatur aus Borosilikatglas.

Das Wasser ist kurz vor Gebrauch zu kochen und auf $(20 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ abzukühlen.

5.2 Natriumchlorid (NaCl), fein gemahlen und im elektrischen Ofen (6.7) 5 h bei $(300 \pm 25)\text{ }^{\circ}\text{C}$ oder alternativ im Wärmeschrank (6.8) bei $(130 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ mindestens 24 h getrocknet und anschließend in einem Exsikkator (6.9) auf Raumtemperatur abgekühlt.

5.3 Natriumchlorid-Standardlösungen

Die entsprechende Menge (siehe Tabelle 1) vorbereitetes trockenes Natriumchlorid (5.2) wird auf 0,1 mg in ein Wägegglas (6.5) eingewogen, in Wasser (5.1) gelöst und quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben (6.6) übergeführt. Es wird mit Wasser (5.1) von $(20 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ auf die 1 000-ml-Marke aufgefüllt und durchmischt.

Alternativ und vorzugsweise wird die Natriumchlorid-Standardlösung auf der Grundlage des Massenverhältnisses Gramm zu Kilogramm (siehe Tabelle 1, zweite Spalte) hergestellt, indem die erforderliche Menge vorbereitetes trockenes Natriumchlorid (5.2) auf 0,1 mg gewogen und in exakt 1 kg Wasser (5.1) gelöst wird. Die Standardlösungen sind bei etwa $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ in gut verschlossenen Polyethylenflaschen (6.10) mit Nennvolumina von höchstens 250 ml aufzubewahren.

Vor Verwendung einer Standardlösung ist die Flasche vorsichtig umzuwenden und mehrfach umzuschwenken, um deren Inhalt gründlich durchzumischen. Die Standardlösung sollte niemals heftig geschüttelt werden, da dies zur Aufnahme von Luft führen kann. Proben der Standardlösungen sind durch Ausgießen aus der Flasche zu entnehmen. Zu diesem Zweck dürfen keinesfalls Pipetten verwendet werden. Standardlösungen aus Flaschen, die zu weniger als einem Viertel gefüllt oder älter als zwei Monate sind oder sichtbaren Schimmel enthalten, dürfen nicht verwendet werden.

EN ISO 5764:2002 (D)**Tabelle 1 — Gefrierpunkt von Natriumchlorid-Standardlösungen**

NaCl-Lösung bei 20 °C g/l Lösung	NaCl-Lösung g/kg Wasser	Gefrierpunkt m°C
6,731	6,763	– 400,0
6,868	6,901	– 408,0
7,587	7,625	– 450,0
8,444	8,489	– 500,0
8,615	8,662	– 510,0
8,650	8,697	– 512,0
8,787	8,835	– 520,0
8,959	9,008	– 530,0
9,130	9,181	– 540,0
9,302	9,354	– 550,0
9,422	9,475	– 557,0
10,161	10,220	– 600,0

Für dieses Referenzverfahren sollten nur Natriumchlorid-Standardlösungen ohne Konservierungsstoffe verwendet werden. Für Routineverfahren dürfen Natriumchlorid-Standardlösungen mit Zusatz einer fungiziden oder fungistatischen Substanz verwendet werden. Zur Anleitung siehe Anhang B.

6 Geräte

Übliche Laborausrüstung und besonders folgende Geräte.

6.1 Kryoskop, bestehend aus einer thermostatisch geregelten Kühleinrichtung, einer Thermistorsonde mit angeschlossenem Schaltsystem, einem Messanzeigergerät, einem Probenrührer und einer Vorrichtung zur Auslösung der Kristallisation (siehe Bild 1).

6.1.1 Kühleinrichtung

Es dürfen mehrere Typen thermostatisch geregelter Kühleinrichtungen verwendet werden. Die folgenden Typen sind als Beispiele angeführt.

- Untertauchtyp: Kühlbad mit geeigneter Pufferkapazität;
- Umlauftyp: mit ständigem Umströmen der Probe mit Kühlflüssigkeit;
- Kühlblocktyp: Kühlblock mit einer kleinen Menge Kühlflüssigkeit.

Nach Einleitung des Gefrierens ist die Temperatur der Kühlflüssigkeit um das Probengläschen konstant bei $(-7,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ zu halten.

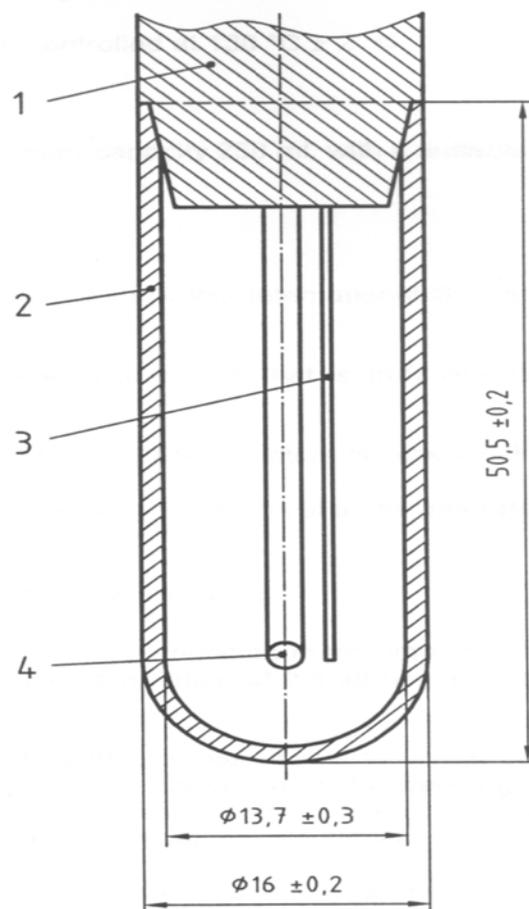
ANMERKUNG Als Kühlmittel hat sich eine wässrige Lösung von Propylenglykol mit 33 % Volumenanteil als geeignet erwiesen.

6.1.2 Messgerät, damit verbundene Messelektronik und Messwertanzeige

Der Thermistor muss vom Typ her einer Glassonde entsprechen mit einem Durchmesser von $(1,60 \pm 0,4)$ mm und bei $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ einen elektrischen Widerstand von $3\text{ k}\Omega$ bis $30\text{ k}\Omega$ besitzen.

Typ und Maße des Schaftmaterials (einschließlich einer möglichen Einfüllvorrichtung) dürfen unter Betriebsbedingungen keine größere Wärmeübertragung in die Probe als $2,5 \times 10^{-3}\text{ J/s}$ zulassen.

Wenn die Sonde in das Probengläschen eingebracht wird (d. h. in Betriebsstellung ist), muss die Thermistorperle in der Achse der Probe liegen und von den Innenwandungen und dem Inneren des Bodens des Probengläschens gleichen Abstand aufweisen (siehe Bild 1).



Legende

- 1 Dorn
- 2 Probengläschen
- 3 Rührereinrichtung
- 4 Thermistorperle

Bild 1 — Einzelheiten des Thermistor-Kryoskops

Der Thermistor sowie die nachfolgend angeschlossene Messelektronik müssen im Bereich von $-400\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $-600\text{ }^{\circ}\text{C}$ eine Messwertauflösung von mindestens $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufweisen.

Die Linearität der Messelektronik muss so ausgelegt sein, dass bei ordnungsgemäßem Betrieb des Geräts an keinem Punkt innerhalb des Bereichs von $-400\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $-600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ein größerer Fehler als $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ auftritt.

Die Messwertanzeige muss die Messwerte über einen Bereich von mindestens $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $-1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit einer Auflösung von mindestens $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ zeigen.

EN ISO 5764:2002 (D)

6.1.3 Röhreinrichtung (Rührdraht), die gegenüber Milch inert ist und zum Durchrühren der Einwaage während der Kühlung verwendet wird.

Die Röhreinrichtung muss in seiner Amplitude einstellbar und entsprechend den Herstellervorgaben senkrecht montiert sein. Die Röhreinrichtung muss seitwärts mit einer Amplitude von 2 mm bis 3 mm vibrieren, um sicherzustellen, dass während der Kühlung die Temperatur innerhalb der Einwaage gleichmäßig bleibt. Während des üblichen Rührbetriebs darf die Röhreinrichtung nie gegen die Glassonde oder die Wandung des Probengläschens schlagen.

6.1.4 Vorrichtung zur Einleitung des Gefriervorgangs: jede Vorrichtung, die in Betriebsstellung das Gefrieren der Einwaage sofort einleitet, sobald $-3,0\text{ °C}$ erreicht sind.

Die Röhreinrichtung (6.1.3) darf für diesen Zweck verwendet werden. Ein Verfahren besteht darin, die Vibrationsamplitude für 1 s bis 2 s so zu erhöhen, dass die Röhreinrichtung gegen die Wandung des Probengläschens (6.2) schlägt.

6.2 Probengläschen, symmetrische Probengläschen aus Borosilikatglas mit einer Länge von $(50,5 \pm 0,2)$ mm, einem Außendurchmesser von $(16,0 \pm 0,2)$ mm und einem Innendurchmesser von $(13,7 \pm 0,3)$ mm (siehe Bild 1).

Die Wandungsdicke darf über das gesamte Probengläschen um höchstens 0,1 mm variieren.

Die Probengläschen müssen die gleiche Form aufweisen, so dass für gleiche Volumina derselben Lösung gleiche Gefrierpunkte erhalten werden. Vor Verwendung der Probengläschen ist deren Gleichartigkeit zu überprüfen.

6.3 Netzenergieversorgung, die innerhalb der Herstellerfestlegungen betriebsfähig ist.

6.4 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann.

6.5 Wägegglas

6.6 1 000-ml-Messkolben, die den Anforderungen von ISO 1042, Klasse A, entsprechen.

6.7 Elektrischer Ofen, einstellbar auf $(300 \pm 25)\text{ °C}$.

6.8 Wärmeschrank, einstellbar auf $(130 \pm 2)\text{ °C}$.

6.9 Exsikkator

6.10 Polyethylenflaschen mit Nennvolumina von höchstens 250 ml, mit einem geeigneten Verschluss.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein als geeignet zu empfehlendes Probenahmeverfahren ist in ISO 707 angegeben.

Es ist wichtig, dass dem Labor eine Probe zur Verfügung gestellt wird, die tatsächlich repräsentativ ist und die während des Transportes oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

Falls erforderlich, dürfen die Untersuchungsproben bei 0 °C bis 6 °C aufbewahrt werden.

Die Proben sollten sofort nach Eintreffen im Labor untersucht werden.

8 Kalibrierung des Thermistor-Kryoskops

Es ist sicherzustellen, dass das Kryoskop (6.1) nach den Anweisungen des Herstellers betriebsfähig ist. Die Lage der Sonde, die Vibrationsamplitude der Röhreinrichtung und die Temperatur der Kühleinrichtung (6.1.1) sind zu überprüfen.

Es sind zwei Natriumchlorid-Standardlösungen (siehe Tabelle 1) auszuwählen, die den zu erwartenden Gefrierpunkt der zu prüfenden Milch eng einschließen. Die Gefrierpunktdifferenz der beiden ausgewählten Natriumchlorid-Standardlösungen muss mindestens 100 m°C betragen. Es ist sorgfältig darauf zu achten, dass die Temperatur der ausgewählten Natriumchlorid-Standardlösungen und die der Untersuchungsprobe (annähernd) gleich sind.

(2,5 ± 0,1) ml der Natriumchlorid-Standardlösungen werden in saubere trockene Probengläschen (6.2) gegossen und das Gerät nach den Anweisungen des Herstellers kalibriert. Es sind Probengläschen (6.2) des gleichen Typs zu verwenden wie bei der Untersuchung der Probe. Danach ist das Thermistor-Kryoskop einsatzfähig.

9 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

9.1 Vorbereitung

Falls erforderlich, werden alle sichtbaren Fremdkörper oder Teilchen festen Butterfettes durch Filtern in ein sauberes trockenes Gefäß aus der Untersuchungsprobe entfernt. Anschließend wird die Untersuchungsprobe vorsichtig durchmischt. Falls ein Filter verwendet wird, muss dieses gegenüber der Milch inert und bei Verwendung bei Labortemperatur wirksam sein.

Die Proben werden vor der Bestimmung bei deren Lagertemperatur oder nach Erreichen der Labortemperatur geprüft. Zu Beginn der Bestimmung sollten die Untersuchungsproben und die Natriumchlorid-Standardlösungen jedoch die gleiche Temperatur aufweisen (siehe auch Abschnitt 8).

9.2 Probenzustand

Falls hinsichtlich des Probenzustands Zweifel bestehen, wird die titrierbare Acidität der Untersuchungsprobe so zeitnah wie möglich zu der Bestimmung des Gefrierpunktes nach dem in ISO 6091 festgelegten Verfahren bestimmt.

Ergebnisse von Untersuchungsproben, deren titrierbare Acidität über 20 ml an 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung je 10 g fettfreier Trockenmasse beträgt, sind für die Milch im Originalzustand als nicht repräsentativ anzusehen.

10 Durchführung

10.1 Vorprüfungen

Die Vorprüfungen der Geräte werden nach Maßgabe der Herstelleranweisungen durchgeführt.

10.2 Routineüberprüfung der Kalibrierung

Vor jeder Bestimmungsreihe wird der Gefrierpunkt einer Natriumchlorid-Standardlösung (5.3) (z. B. einer Lösung mit einem Gefrierpunkt von -512 m°C) so oft gemessen, bis die Differenz der bei zwei aufeinander folgenden Bestimmungen erhaltenen Werte höchstens 1 m°C beträgt.

Falls das arithmetische Mittel der beiden Ergebnisse der Gefrierpunktsbestimmungen der verwendeten Natriumchlorid-Standardlösung um mehr als 2 m°C abweicht, ist das Kryoskop wie in Abschnitt 8 beschrieben neu zu kalibrieren.

Falls das Kryoskop ununterbrochen verwendet wird, ist die Kalibrierung routinemäßig mindestens stündlich zu überprüfen.

10.3 Bestimmung

Das Probenbehältnis wird vorsichtig gestürzt und mehrfach umgeschwenkt, um dessen Inhalt durchzumischen. Dabei ist Lufteinschluss zu vermeiden.

EN ISO 5764:2002 (D)

Mit einer Pipette wird eine Einwaage von $(2,5 \pm 0,1)$ ml der vorbereiteten Untersuchungsprobe (9.1) in ein sauberes und trockenes Probengläschen (6.2) übergeführt. Es ist sicherzustellen, dass die Sonde und die Rührereinrichtung (6.1.3) sauber und trocken sind. Falls erforderlich, werden diese mit einem weichen, sauberen und nicht fasernden Tuch sorgfältig abgewischt.

Das Probengläschen wird nach den Anweisungen des Herstellers in das kalibrierte Kryoskop (6.1) eingesetzt. Das Gerät zum Kühlen der Einwaage wird eingeschaltet und der Gefriervorgang bei $(-3,0 \pm 0,1)$ °C eingeleitet.

Das Plateau ist erreicht, wenn der Temperaturanstieg während der letzten 20 s $0,5$ m°C nicht übersteigt. Bei Geräten, deren Auflösungsvermögen höchstens 1 m°C beträgt, ist das Plateau erreicht, sobald die Temperatur über 20 s konstant geblieben ist. Diese Temperatur ist festzuhalten.

Falls aus irgendwelchen Gründen der Gefriervorgang eingeleitet wird, bevor eine Temperatur von $(-3,0 \pm 0,1)$ °C erreicht ist, ist die Untersuchung abzubrechen. Die Bestimmung wird mit einer weiteren Einwaage von $2,5$ ml wiederholt.

Wenn auch diese zweite Einwaage zu früh gefriert, wird eine weitere Einwaage von $(2,5 \pm 0,1)$ ml der gleichen Untersuchungsprobe auf etwa 45 °C erwärmt und 5 min bei dieser Temperatur gehalten, um etwaiges kristallines Fett zu schmelzen. Die so vorbereitete Einwaage wird auf die Prüftemperatur abgekühlt und sofort untersucht.

ANMERKUNG Die Zeit zwischen dem Einleiten des Gefriervorgangs und dem Erreichen des Plateauwerts und die Zeit, während deren die Temperatur konstant bleibt, werden sich von Probe zu Probe unterscheiden und für Wasser und Natriumchlorid-Standardlösungen beträchtlich kürzer sein als für Milch.

Das Probengläschen wird nach jeder Bestimmung entnommen, und die Thermistorsonde und die Rührereinrichtung werden mit Wasser gespült. Anschließend werden Thermistorsonde und Rührereinrichtung mit einem weichen, sauberen und nicht fasernden Tuch abgewischt.

Mit einer weiteren Einwaage der Untersuchungsprobe wird eine zweite Bestimmung durchgeführt. Wenn die beiden Gefrierpunkte um mehr als den Wert der Wiederholgrenze (siehe 12.2) voneinander abweichen, sind die Ergebnisse zu verwerfen und eine erneute Doppelbestimmung an frischen Einwaagen ist durchzuführen.

11 Auswertung**11.1 Berechnung**

Wenn die Kalibrierung durch das Ergebnis der Routineüberprüfung der Kalibrierung (10.2) bestätigt wird, ist als Ergebnis das Mittel der beiden erhaltenen Werte auf drei Dezimalstellen gerundet anzugeben. Falls die Kalibrierung nicht bestätigt wird, ist die Durchführung (siehe Abschnitt 10) zu wiederholen.

11.2 Angabe der Ergebnisse

Die Untersuchungsergebnisse für den Gefrierpunkt werden auf drei Dezimalstellen angegeben. Die Mittelwerte sind folgendermaßen zu runden: Wenn als vierte Dezimalstelle die Zahl 5 auftritt, ist die dritte Dezimalstelle auf die nächste gerade Zahl zu ändern.

Beispiele zum Runden der Mittelwerte der Ergebnisse der Gefrierpunktwerte in Milligrad Celsius sind nachstehend angegeben.

Ergebnisse der Doppelbestimmungen		Mittelwert
Ergebnis 1	Ergebnis 2	
- 540	- 542	- 541
- 541	- 542	- 542
- 540	- 541	- 540

12 Präzision

12.1 Ringversuch

Die Werte für die Wiederholgrenze und die Vergleichgrenze wurden aus den Ergebnissen eines nach ISO 5725-1 und ISO 5725-2 durchgeführten Ringversuchs abgeleitet. Einzelheiten des nach diesem Verfahren durchgeführten Ringversuchs sind in Anhang A zusammengefasst.

Die aus diesem Ringversuch abgeleiteten Werte dürfen nicht auf andere Konzentrationsbereiche und Matrices als die angegebenen angewendet werden.

ANMERKUNG In IDF 135 ist eine spezifische Anleitung für Ringversuche bei Analyseverfahren für Milch und Milchprodukte angegeben, die auf ISO 5725 basiert.

12.2 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen voneinander unabhängigen Untersuchungsergebnissen, die von einem Bearbeiter nach demselben Verfahren an identischem Untersuchungsmaterial in demselben Labor mit derselben Geräteausstattung innerhalb einer kurzen Zeitspanne erhalten werden, wird nicht häufiger als in 5 % der Fälle über 4 m°C betragen.

12.3 Vergleichpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Untersuchungsergebnissen, die von verschiedenen Bearbeitern nach demselben Verfahren in verschiedenen Labors mit verschiedenen Geräteausstattungen an identischem Untersuchungsmaterial erhalten werden, wird nicht häufiger als in 5 % der Fälle über 6 m°C betragen.

13 Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht muss enthalten:

- alle Angaben, die zur vollständigen Identifizierung der Probe erforderlich sind;
- das angewendete Probenahmeverfahren, falls bekannt;
- das angewendete Untersuchungsverfahren mit einem Hinweis auf diese Internationale Norm;
- alle Arbeitsbedingungen, die nicht in dieser Internationalen Norm festgelegt sind oder als wahlfrei erachtet wurden, sowie alle Umstände, die das (die) Ergebnis(se) beeinflusst haben können;
- die titrierbare Acidität, falls diese bestimmt wurde;
- das (die) erhaltene(n) Untersuchungsergebnis(se) oder, falls die Wiederholgrenze überprüft wurde, die endgültig erhaltenen Ergebnisse.

Anhang A (informativ)

Ergebnisse des Ringversuchs

A.1 Allgemeines

Nach einer Vorstudie im Oktober 1998 wurde im September 1999 ein internationaler Ringversuch durchgeführt, an dem neunzehn Labors aus dreizehn Ländern teilnahmen. Es wurden achtzehn Untersuchungsproben verwendet, die in 36 Blindduplikate geteilt wurden:

- sechs Paare von UHT-Magermilchproben mit drei verschiedenen Konzentrationen;
- sechs Paare von UHT-Vollmilchproben mit drei verschiedenen Konzentrationen;
- sechs Paare von Rohmilchproben mit drei verschiedenen Konzentrationen.

Der Versuch wurde durch die Niederländische Milchprüfstelle (Netherlands Milk Control Station, Zutphen, NL) und die Inspektion für Gesundheitsschutz (Inspectorate for Health Protection, Leeuwarden, NL) organisiert. Die Untersuchungsproben wurden durch Cecalait (Poligny, Frankreich) vorbereitet und verteilt, die auch die statistische Analyse nach ISO 5725-1 und ISO 5725-2 durchführten, wobei die in den Tabellen A.1 bis A.3 angegebenen Präzisionsdaten erhalten wurden.

A.2 Untersuchungsergebnisse

Tabelle A.1 — Ergebnisse für UHT-Magermilch

Probe	1	2	3	4	5	6	Großer Mittelwert ^a
Anzahl der teilnehmenden Labors nach Elimination der Ausreißer	17	16	17	18	18	17	—
Mittelwert, m°C	- 497,4	- 498,8	- 512,0	- 518,1	- 536,1	- 539,4	- 517,0
Wiederholstandardabweichung, s_r , m°C	1,2	1,0	1,2	1,1	1,2	1,0	1,1
Wiederholgrenze r ($2,8 s_r$), m°C	3,3	2,9	3,2	3,0	3,3	2,9	3,1
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, %	0,23	0,21	0,22	0,21	0,22	0,19	0,21
Vergleichstandardabweichung, s_R , m°C	1,2	1,3	1,2	1,6	1,4	2,0	1,5
Vergleichgrenze R ($2,8 s_R$), m°C	3,5	3,6	3,3	4,5	4,0	5,6	4,2
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, %	0,25	0,26	0,23	0,31	0,26	0,37	0,29

^a Die Großen Mittelwerte wurden berechnet, indem nur Probanden nach Ausschluss der Ausreißer verwendet wurden. Der Große Mittelwert der Proben wurde durch Mittelung berechnet. Alle anderen statistischen Mittelwerte wurden aus der Quadratwurzel des Mittelwerts der quadrierten Abweichungen berechnet.

Tabelle A.2 — Ergebnisse für UHT-Vollmilch

Probe	1	2	3	4	5	6	Großer Mittelwert ^a
Anzahl der teilnehmenden Labors nach Elimination der Ausreißer	17	17	17	17	18	18	—
Mittelwert, m°C	-491,6	-494,7	-512,6	-512,9	-534,8	-534,9	-513,6
Wiederholstandardabweichung, s_r , m°C	1,2	1,7	2,0	1,1	1,4	1,2	1,5
Wiederholgrenze r ($2,8 s_r$), m°C	3,5	4,7	5,5	3,1	3,9	3,4	4,1
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, %	0,25	0,34	0,38	0,22	0,26	0,22	0,28
Vergleichstandardabweichung, s_R , m°C	2,0	2,3	2,7	1,5	2,0	2,3	2,2
Vergleichgrenze R ($2,8 s_R$), m°C	5,6	6,4	7,7	4,2	5,6	6,4	6,1
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, %	0,41	0,46	0,53	0,29	0,38	0,43	0,42

^a Die Großen Mittelwerte wurden berechnet, indem nur Probandaten nach Ausschluss der Ausreißer verwendet wurden. Der Große Mittelwert der Proben wurde durch Mittelung berechnet. Alle anderen statistischen Mittelwerte wurden aus der Quadratwurzel des Mittelwerts der quadrierten Abweichungen berechnet.

Tabelle A.3 — Ergebnisse für Rohmilch

Probe	1	2	3	4	5	6	Großer Mittelwert ^a
Anzahl der teilnehmenden Labors nach Elimination der Ausreißer	18	18	18	17	18	17	—
Mittelwert, m°C	-496,2	-504,9	-518,3	-525,5	-540,0	-548,8	-522,3
Wiederholstandardabweichung, s_r , m°C	1,4	1,3	1,3	1,4	1,3	1,1	1,3
Wiederholgrenze r ($2,8 s_r$), m°C	3,8	3,6	3,7	3,8	3,6	3,2	3,6
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, %	0,28	0,25	0,26	0,26	0,24	0,21	0,25
Vergleichstandardabweichung, s_R , m°C	2,1	2,5	2,6	2,1	2,2	2,3	2,3
Vergleichgrenze R ($2,8 s_R$), m°C	5,9	7,0	7,4	6,0	6,2	6,5	6,5
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, %	0,42	0,50	0,51	0,41	0,41	0,42	0,45

^a Die Großen Mittelwerte wurden berechnet, indem nur Probandaten nach Ausschluss der Ausreißer verwendet wurden. Der Große Mittelwert der Proben wurde durch Mittelung berechnet. Alle anderen statistischen Mittelwerte wurden aus der Quadratwurzel des Mittelwerts der quadrierten Abweichungen berechnet.

Anhang B (informativ)

Leitfaden zur Anwendung von Routineverfahren mit Thermistor-Kryoskopen

B.1 Einleitung

Diese Internationale Norm beschreibt das kryoskopische Referenzverfahren zur Bestimmung des Gefrierpunktes von Milch. In der Praxis kann die Anwendung anderer Thermistor-Kryoskop-Verfahren aus folgenden Gründen vorteilhaft sein:

- Erzielung einer kürzeren Untersuchungsdauer durch Anwendung eines früheren Zeitpunktes der Einstellung der Messungen;
- Weiterverwendung von Geräten, bei denen eine vollständige Anpassung an die Anforderungen des Referenzverfahrens nicht durchführbar ist.

Beispiele von in Gebrauch befindlichen Verfahren und/oder Abweichungen sind:

- Beendigung der Messungen 30 s, 50 s, 60 s oder 90 s nach dem Einsetzen des Gefrierens;
- Beendigung der Messung, wenn der Messwert innerhalb $\pm 1 \text{ m}^\circ\text{C}$ oder über 20 s innerhalb $\pm 1 \text{ m}^\circ\text{C}$ konstant ist;
- Arbeiten mit Geräteteilen mit abweichenden Merkmalen;
- Verwendung anderer Probenvolumina;
- Anwendung anderer Gefriertemperaturen.

Bei der Anwendung von Routineverfahren sollten deren Ergebnisse dahingehend korrigiert werden, dass an einem Durchschnittswert eine Übereinstimmung mit dem Ergebnis von Referenzmessungen mit dem Thermistor-Kryoskop erreicht wird. Der Korrekturwert sollte für die relevanten Bedingungen bestimmt werden. Dieser Anhang dient als Leitfaden für die Erarbeitung von Korrekturwerten.

B.2 Vorbedingungen

Das angewendete Routineverfahren sollte Anforderungen erfüllen wie:

- Verwendung des gleichen Untersuchungsprinzips, d. h. ein Thermistor-Kryoskop-Verfahren;
- Erreichung einer (Messwert-)Auflösung von mindestens $1 \text{ m}^\circ\text{C}$ über den Bereich von $-400 \text{ m}^\circ\text{C}$ bis $-600 \text{ m}^\circ\text{C}$;
- Linearität ohne Auftreten größerer Fehler als $1 \text{ m}^\circ\text{C}$ innerhalb des Bereichs von $-400 \text{ m}^\circ\text{C}$ bis $-600 \text{ m}^\circ\text{C}$;
- Erreichen des Messendes frühestens 30 s nach dem Einsetzen des Gefrierens;
- die Wiederholpräzision darf nicht größer sein als in 12.2 festgelegt.

B.3 Bestimmung des Korrekturwerts

B.3.1 Allgemeines

Die erforderliche Korrektur ist durch vergleichende Messungen mit dem Referenzverfahren und dem Routineverfahren zu bestimmen, wobei eine ausreichende Anzahl repräsentativer Proben der fraglichen Milch einzusetzen ist.

B.3.2 Probenahme und Probenbehandlung

Zu diesem Zweck werden Untersuchungsproben genommen, die für die „Zielpopulation“ repräsentativ sind, d. h. Untersuchungsproben, die für die entsprechende Probenart das übliche Spektrum hinsichtlich der Zusammensetzung sowie den vorkommenden Gefrierpunktwertbereich abdecken (z. B. Rohmilch, pasteurisierte und/oder Magermilch). Die Untersuchungsproben werden nach den Abschnitten 7 und 9 entnommen und behandelt.

B.3.3 Anzahl an Untersuchungsproben

Die Mindestanzahl an Untersuchungsproben, n , sollte so groß sein, dass eine kritische Differenz von 0,4 m°C nicht überschritten wird. Die Berechnung von n erfolgt unter Anwendung der folgenden Näherungsgleichung:

$$n = \left(\frac{\sigma_d \cdot u_{0,95}}{D} \right)^2$$

Dabei ist

- n die Mindestanzahl an Untersuchungsproben;
- σ_d die Standardabweichung der Differenzen zwischen den Verfahren für Einzelproben;
- $u_{0,95}$ der Wert der normalen reduzierten Verteilung auf dem Niveau des einseitigen Vertrauensintervalls von 95 %;
- D der festgelegte Wert für die kritische Differenz.

BEISPIEL Für $\sigma_d = 3,0$ m°C, $u_{0,95} = 1,645$ und $D = 0,4$ m°C, $n \geq 152$ Proben.

B.3.4 Kalibrierung und Überprüfung der Kalibrierung

Die Natriumchlorid-Standardlösungen (5.3) mit bekannten Gefrierpunktwerten werden unter den gleichen Bedingungen untersucht wie die Untersuchungsproben. Die Anforderungen an die Bedingungen gelten sowohl für das Referenzverfahren als auch für das Routineverfahren. Es sind auch die gleichen Natriumchlorid-Standardlösungen für beide Verfahren zu verwenden.

B.3.5 Messung der Untersuchungsproben

Bei Routineverfahren dürfen Natriumchlorid-Standardlösungen (5.3) mit fungiziden oder fungistatischen Zusätzen verwendet werden. Ein solcher Zusatz sollte sich jedoch nicht mit mehr als +1,0 m°C auf den Gefrierpunkt auswirken, verglichen mit einer gleichartigen Natriumchlorid-Konzentration ohne Konservierungsmittel. Falls ein solcher Zusatz verwendet wird, muss die Substanz analysenrein sein und darf im Gebrauch keinen Einschränkungen durch die Umweltgesetzgebung unterliegen. Bei Verwendung eines Konservierungsmittels ist die Natriumchlorid-Konzentration leicht zu verringern, so dass genau der gleiche Gefrierpunkt erreicht wird wie bei der nicht konservierten Natriumchlorid-Lösung (siehe Tabelle 1). Ein geeignetes Verfallsdatum ist anhand von Validierungsuntersuchungen festzustellen.

Der Gefrierpunkt der Untersuchungsproben wird als Doppelbestimmung mit dem in dieser Internationalen Norm beschriebenen Referenzverfahren bestimmt.

EN ISO 5764:2002 (D)

Der Gefrierpunkt der gleichen Untersuchungsprobenreihe wird als Doppelbestimmung mit dem Routineverfahren bestimmt, wobei die Abschnitte 9 und 10 dieser Internationalen Norm zu befolgen sind. Unterschiede in den Umgebungsbedingungen zwischen aufeinander folgenden Messungen oder zwischen Messungen mit dem Referenz- und dem Routineverfahren sollten vermieden werden, z. B. ist die richtige Lagerung der Proben (bei 0 °C bis 6 °C) in gut verschlossenen Flaschen sicherzustellen.

B.3.6 Berechnung des Korrekturwertes

Jedes Einzelergebnis ist um einen Betrag zu korrigieren, der der Differenz zwischen dem Gefrierpunkt der verwendeten Kontrollprobe (siehe 5.3) und dem bei der nächstliegenden Kalibrierungsüberprüfung bestimmten Wert entspricht. Anschließend werden die mittleren Gefrierpunktwerte für die Doppelbestimmungen, die anhand des Referenzverfahrens erhalten wurden, berechnet. In gleicher Weise werden Mittelwerte für die Bestimmungen mit dem Routineverfahren ermittelt.

Die Standardabweichung s der Einzeldifferenzen zwischen den mit beiden Verfahren erhaltenen mittleren Ergebnissen wird berechnet, wobei Ausreißer, z. B. Proben mit einer Differenz um mehr als die dreifache Standardabweichung ($3s$), auszuschließen sind. Dann wird die mittlere Differenz zwischen den mit beiden Verfahren erhaltenen Ergebnissen auf zwei Dezimalstellen gerundet berechnet. Dieser Wert wird als Korrekturwert verwendet.

Falls die Standardabweichung s immer noch über 3,0 m°C liegt, nachdem die Ausreißer ausgeschlossen wurden, wird das Arbeiten mit einem Korrekturwert als zu ungenau und deshalb unannehmbar angesehen.

Ein Beispiel mit einer verkleinerten Probenreihe ($n = 10$) zeigt Tabelle B.1.

Tabelle B.1 — Beispiel

Probe	Ergebnisse mit dem Referenzverfahren (1)					Ergebnisse mit dem Routineverfahren (2)					Differenz (2)–(1)
			nach Korrektur					nach Korrektur			
	1	2	1	2	Mittelwert	1	2	1	2	Mittelwert	
Kontrollprobe 512	– 512,4	– 513,0	—	—	—	– 511,5	– 512,7	—	—	—	—
1	– 517,5	– 518,2	– 516,8	– 517,5	– 517,15	– 518,1	– 519,2	– 518,0	– 519,1	– 518,55	– 1,40
2	– 538,1	– 536,9	– 537,4	– 536,2	– 536,80	– 537,3	– 539,0	– 537,2	– 538,9	– 538,05	– 1,25
3	– 521,8	– 521,3	– 521,1	– 520,6	– 520,85	– 522,9	– 521,8	– 522,8	– 521,7	– 522,25	– 1,40
4	– 528,6	– 529,9	– 527,9	– 529,2	– 528,55	– 530,3	– 531,4	– 530,2	– 531,3	– 530,75	– 2,20
5	– 522,3	– 520,9	– 521,6	– 520,2	– 520,90	– 527,3	– 529,2	– 527,2	– 529,1	– 528,15	– 7,25 ^a
6	– 515,7	– 518,1	– 514,9	– 517,3	– 516,10	– 517,7	– 518,9	– 518,1	– 519,3	– 518,70	– 2,60
7	– 523,4	– 522,1	– 522,6	– 521,3	– 521,95	– 525,2	– 524,7	– 525,6	– 525,1	– 525,35	– 3,40
8	– 512,2	– 513,8	– 511,4	– 513,0	– 512,20	– 514,1	– 513,4	– 514,5	– 513,8	– 514,15	– 1,95
9	– 516,1	– 514,2	– 515,3	– 513,4	– 514,35	– 517,5	– 518,2	– 517,9	– 518,6	– 518,25	– 3,90
10	– 521,6	– 522,3	– 520,8	– 521,5	– 521,15	– 521,4	– 523,4	– 521,8	– 523,8	– 522,80	– 1,65
Kontrollprobe 512	– 513,1	– 512,5	—	—	—	– 511,7	– 511,5	—	—	—	—
Differenz der Durchschnittswerte											– 2,7
Wert von S											1,73
Differenz der Durchschnittswerte nach Ausschluss der Probanden der Ausreißer											– 2,2
Wert von s nach Ausschluss der Probanden der Ausreißer											0,88
^a Ausreißer											

Die Differenz der Durchschnittswerte zwischen den Ergebnissen bei Bestimmung mit dem Routineverfahren und dem Referenzverfahren beträgt in diesem Beispiel $-2,2 \text{ m}^\circ\text{C}$. Dies ist auch der erforderliche Korrekturwert, wenn die Bestimmung anhand dieses Routineverfahrens erfolgt. In diesem Fall bedeutet dies eine Korrektur zu einer wärmeren Temperatur hin.

B.4 Gültigkeit

Der berechnete Korrekturwert gilt für die besondere Kombination des Typs der Untersuchungsprobe und der Merkmale des Routineverfahrens, d. h. Geräteeigenschaften, Zeitpunkt der Einstellung der Messungen, Volumen der Einwaage und Gefriertemperatur.

Anhang C (informativ)

Anpassung des als Referenzwert für Originalmilch verwendeten Gefrierpunktwertes

Um abzuschätzen, ob eine Milchprobe Fremdwasser enthält oder nicht, ist der Vergleich des Gefrierpunktes dieser Untersuchungsprobe mit dem Gefrierpunkt von „Originalmilch“ erforderlich, d. h. Milch, von der bekannt ist, dass diese kein Fremdwasser enthält.

Bei einer Vielzahl von Proben (z. B. bei bearbeiteter Milch, die aus einer Mischung vieler unterschiedlicher Hofanlieferungen hergestellt ist) ist es nicht immer möglich, einen Referenzwert für Originalmilch zu bestimmen. In solchen Fällen ist es erforderlich, einen durchschnittlichen Zielwert für Originalmilch aufzustellen. Einige Länder haben nach Abschluss umfangreicher Übersichtsarbeiten einen Gefrierpunktwert für Originalmilch festgelegt. Andere haben einen Wert angenommen, dessen Grundlage Beobachtungsabläufe über viele Jahre sind.

Eine Verschiebung im Skalenwert der Gefrierpunkttemperatur ist wahrscheinlich, wenn von dem bis dahin angewendeten Verfahren auf das in dieser Internationalen Norm beschriebene Referenzverfahren übergegangen wird. Diese Veränderung des Skalenwertes der Temperatur beruht zum Teil auf der strengeren Normung für die Gerätebestandteile und -merkmale und zum Teil darauf, dass der Punkt der „Einstellung der Messung“ auf der Gefrierpunktkurve der Milch neu definiert wurde.

Es ist klar, dass diese Veränderung des Skalenwertes zu einer Veränderung der Gefrierpunktanzeigen gegenüber den bis dahin festgestellten führt. Dies wird es erforderlich machen, eine kleine Veränderung der in der Vergangenheit für Originalmilch verwendeten Werte vorzunehmen. Falls keine Anpassung erfolgte, würde die Bewertung von Fremdwasser in Milch mit einem systematischen Fehler behaftet sein.

Der auf Originalmilch angewendete Wert sollte „nur einmal“ angepasst werden, um diesen mit dem neuen Skalenwert nach dieser Internationalen Norm in Einklang zu bringen. Eine solche Anpassung sollte durch die oder unter der Überwachung der jeweiligen nationalen Behörde erfolgen.

Die Anpassung darf nach dem in Anhang B angegebenen Verfahren erfolgen, wobei die folgenden zusätzlichen Maßnahmen ergriffen werden müssen:

- a) zur Festlegung der beim Vergleich erforderlichen optimalen Probenanzahl ist ein Statistiker beratend heranzuziehen, um einen möglicherweise verbleibenden systematischen Fehler auf einem vertretbar niedrigen Niveau zu halten;
- b) beim Versuch sind Untersuchungsproben zu verwenden, die für die routinemäßig geprüfte Milchart so repräsentativ wie möglich sind;
- c) im Versuch ist eine Probenreihe unter genauer Befolgung dieses genormten kryoskopischen Referenzverfahrens zu untersuchen;
- d) eine Duplikatreihe von Proben ist unter Anwendung des Prüfverfahrens und der Gerätemerkmale zu untersuchen, die zu Grunde gelegt wurden, um den vorhergehenden Referenzwert für „Originalmilch“ festzulegen;
- e) als zukünftige Referenz ist ein Protokoll dieser Studie aufzubewahren.

Literaturhinweise

- [1] ISO 707, *Milk and milk products — Guidance on sampling.*
- [2] ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions.*
- [3] ISO 5725-2, *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.*
- [4] IDF 135, *Milk and milk products — Precision characteristics of analytical methods — Outline of collaborative study procedure.*
- [5] International Dairy Federation, *Bulletin of IDF*, 1983, No. 154.
- [6] International Dairy Federation, *Bulletin of IDF*, 1986, No. 207.

Anhang ZA (normativ)

Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ANMERKUNG Ist eine internationale Publikation durch gemeinsame Abweichungen modifiziert worden, gekennzeichnet durch (mod.), dann gilt die entsprechende EN/HD.

Publikation	Jahr	Titel	EN/HD	Jahr
ISO 1042	1998	Laboratory glassware — One mark volumetric flasks	EN ISO 1042	1999
ISO 3696	1987	Water for analytical laboratory use — Specification and test methods	EN ISO 3696	1995