

ГОСТ 3626—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХОГО ВЕЩЕСТВА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения влаги и сухого вещества

Milk and milk products.
Methods for determination of moisture and dry substanceГОСТ
3626—73Взамен
ГОСТ 3626—47

МКС 67.100.10

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 февраля 1973 г. № 503 дата введения установлена

с 01.07.74

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на молоко, молочные и молочносодержащие продукты, кисломолочные продукты, сыр и сырные продукты, масло из коровьего молока и масляную пасту, сливочно-растительный спред и сливочно-растительную топленую смесь, мороженое и устанавливает методы определения массовой доли влаги и сухого вещества, а также устанавливает метод определения массовой концентрации общего экстракта в эмульсионных ликерах.

Стандарт не распространяется на определение сухого вещества и влаги в казеине, молочных консервах, а также не распространяется на определение обезжиренного сухого вещества в массе с наполнителями.

Сущность методов определения массовой доли влаги и сухого вещества в молоке и молочных продуктах основана на высушивании навески исследуемого продукта при постоянной температуре.

Настоящий стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1733—79, СТ СЭВ 1734—79, СТ СЭВ 1736—79.

(Поправка)*

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб молока, молочных продуктов и подготовку их к испытаниям производят по ГОСТ 3622—68, ГОСТ 26809—86.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ВЕЩЕСТВА И ВЛАГИ В ПАСТЕРИЗОВАННОМ, СТЕРИЛИЗОВАННОМ МОЛОКЕ, МОРОЖЕНОМ, МОЛОКОСОДЕРЖАЩИХ ПРОДУКТАХ, КИСЛОМОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ, СЫРЕ И СЫРНЫХ ПРОДУКТАХ, ТВОРОГЕ И ТВОРОЖНЫХ ПРОДУКТАХ И МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЭКСТРАКТА В ЭМУЛЬСИОННЫХ ЛИКЕРАХ, ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$

(Поправка)*

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88**;

* Действует только на территории Российской Федерации.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

шкаф сушильный электрический типа СЭШ или другого аналогичного типа;
 эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82;
 бюкса стеклянная по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82;
 пипетки 1 и 2 класса точности, 2 и 3 исполнения, вместимостью 10 см³ по ГОСТ 29169—91;
 палочки стеклянные;
 прибор нагревательный;
 баня водяная;
 сито с отверстиями 1—1,5 мм;
 песок промытый и прокаленный;
 кальций хлористый безводный по ГОСТ 450—77;
 кислота соляная по ГОСТ 3118—77, концентрированная;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 вода питьевая по ГОСТ 2874—82*.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Подготовка к анализу

Песок просеивают через сито с отверстиями диаметром 1—1,5 мм и отмучивают питьевой водой. Затем приливают соляной кислоты (1:1) столько, чтобы песок был полностью покрыт ею, помешивают толстой стеклянной палочкой, дают отстояться в течение 10 ч. Слив соляную кислоту, промывают песок питьевой водой до нейтральной реакции (по лакмусовой бумажке), затем дистиллированной водой, высушивают и прокаливают. Хранят песок в банке, с плотно закрытой пробкой.

2.3. Проведение анализа

Стеклянную бюксу с 20—30 г хорошо промытого и прокаленного песка и стеклянной палочкой, не выступающей за края бюксы, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 102 ± 2 °С в течение 30—40 мин. После этого бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. В эту же бюксу пипеткой вносят 10 см³ молока, эмульсионного ликера или 5—10 г мороженого или 3—5 г сыра, творога, творожных продуктах, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, закрывают крышкой и немедленно взвешивают.

Затем содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой и открытую бюксу нагревают на водяной бане, при частом перемешивании содержимого до получения рассыпающейся массы. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф с температурой (102 ± 2) °С. По истечении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания производят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или менее 0,001 г. Если при одном из взвешиваний после высушивания будет найдено увеличение массы, для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

(Измененная редакция, Изм. № 2, Поправка).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю сухого вещества C , %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0},$$

где m_0 — масса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г;

m — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта после высушивания, г.

* На территории только Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

** Действует на территории Российской Федерации.

С. 3 ГОСТ 3626—73

Массовую концентрацию общего экстракта в эмульсионных ликерах C_1 , г/100 см³, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{(m_1 - m_0) 100}{V},$$

где m_1 — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и 10 см³ эмульсионного ликера после высушивания, г;

m_0 — масса бюксы с песком и стеклянной палочкой после высушивания, г;

V — объем эмульсионного ликера (10 см³).

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,1 % для молока и эмульсионного ликера; и 0,2 % — для мороженого, сыра, творога и творожных продуктах. За окончательный результат для каждого исследуемого продукта принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

(Поправка)*.

2.4.2. Массовую долю влаги в продуктах, W , %, вычисляют по формуле

$$W = 100 - C,$$

где C — массовая доля сухого вещества, %.

2.4.3. Массовую долю сухого обезжиренного вещества в результате C_0 , %, вычисляют по формуле

$$C_0 = C - a,$$

где C — массовая доля сухого вещества, %;

a — массовая доля жира, %.

3. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУХОГО ВЕЩЕСТВА В ПАСТЕРИЗОВАННОМ И СТЕРИЛИЗОВАННОМ МОЛОКЕ И В КИСЛОМОЛОЧНЫХ НАПИТКАХ

3.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88;

шкаф сушильный электрический типа СЭШ или другого аналогичного типа;

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82;

бюкса металлическая;

пипетки 1 и 2 класса точности, 2 и 3 исполнения, вместимостью 5 мл по ГОСТ 29169—91;

марля по ГОСТ 9412—93;

кальций хлористый безводный по ГОСТ 450—77.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Подготовка к анализу

В металлическую бюксу на дно укладывают два кружка марли, высушивают с открытой крышкой при 105 °С 20—30 мин и, закрыв крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 20—30 мин, затем взвешивают.

3.3. Проведение анализа

В подготовленную бюксу пипеткой вносят 3 см³ исследуемого продукта, равномерно распределяя его по всей поверхности марли и закрыв крышкой, взвешивают. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф при 105 °С на 60 мин, после чего бюксу закрывают, охлаждают и взвешивают.

Высушивание и взвешивание продолжают через 20—30 мин до получения разницы в массе между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,001 г.

Сухой остаток на поверхности марлевого кружка должен иметь равномерный светло-желтый цвет.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* Действует только на территории Российской Федерации.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю сухого вещества вычисляют по п. 2.4.1, массовую долю влаги — по п. 2.4.2, массовую долю обезжиренного вещества — по п. 2.4.3.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,2 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое двух параллельных определений.

4. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХОГО ВЕЩЕСТВА В МОРОЖЕНОМ ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ 180 °С

4.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

шкаф сушильный электрический типа СЭШ или другого аналогичного типа;

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82;

бюкса металлическая;

пипетки 1 и 2 класса точности, 1 исполнения, вместимостью 1 см³ по ГОСТ 29169—91;

прибор нагревательный;

пластина железная;

кальций хлористый безводный по ГОСТ 450—77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Подготовка к анализу

Металлическую бюксу высушивают с открытой крышкой при (110 ± 2) °С 20—30 мин и, закрыв крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 20—30 мин, затем взвешивают.

4.3. Проведение анализа

В подготовленную бюксу отвешивают 1 г мороженого с погрешностью не более 0,01 г и прибавляют пипеткой 1 см³ дистиллированной воды.

Легким покачиванием бюксы содержимое ее перемешивают до получения однородной массы и равномерного распределения по дну. Затем бюксу с навеской ставят на нагревательный прибор, накрытый железной пластинкой, температура поверхности которой (180 ± 2) °С.

Содержимое бюксы выпаривают до легкого пожелтения остатка, получающегося в виде пористой массы, при интенсивном кипении, после чего бюксу помещают в сушильный шкаф с температурой (110 ± 2) °С.

Через 10 мин бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Высушивание и взвешивание продолжают до получения разницы в массе между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Обработка результатов

Массовую долю сухого вещества в мороженом вычисляют по п. 2.4.1, массовую долю влаги — по п. 2.4.2. Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,5 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

5. УСКОРЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХОГО ВЕЩЕСТВА В СЫРАХ И СЫРНЫХ ПРОДУКТАХ, ТВОРОГЕ И ТВОРОЖНЫХ ПРОДУКТАХ

(Поправка)*.

5.1. Определение влаги на приборе Чижовой**5.1.1. Аппаратура, материалы, реактивы:**

* Действует только на территории Российской Федерации.

С. 5 ГОСТ 3626—73

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

прибор Чижовой;

бумага газетная по ГОСТ 6445—74;

пергамент по ГОСТ 1341—97;

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.1.2. Подготовка к анализу

Для определения массовой доли влаги в продукте пакеты (одно- или двухслойные) из газетной бумаги, размером 150 × 150 мм, складывают по диагонали, загибают углы и края примерно на 15 мм.

5.1.3. Проведение анализа

При определении массовой доли влаги в сыре, твороге и творожных продуктах пакет вкладывают в листок пергамента, несколько большего размера, чем пакет, не загибая краев. Готовые пакеты высушивают в приборе в течение 3 мин при той же температуре, при которой должен высушиваться исследуемый продукт, после чего их охлаждают и хранят в эксикаторе.

Подготовленный пакет взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, взвешивают в него 5 г исследуемого продукта с погрешностью не более 0,01 г, который распределяют равномерно по всей внутренней поверхности пакета.

Пакет с навеской закрывают, помещают в прибор между плитами, нагретыми до требуемой температуры, и выдерживают указанное в таблице время.

Т а б л и ц а 1

Наименование продукта	Масса пробы, г	Температура нагрева нижней плиты прибора, °С	Время выдержки, мин
Творог и творожные продукты, паста	5	150—152	5
Сыр после прессования	5	160—162	6
Сыр зрелый	5	150—155	7
Сыр плавленый	5	160—162	8

Одновременно можно высушивать два пакета. При высушивании продуктов с относительно высокой влажностью, таких как творог и творожные продукты, в начале сушки во избежание разрыва пакета верхнюю плиту прибора приподнимают и поддерживают в таком положении до прекращения обильного выделения паров, которое обычно длится 30—50 с. Затем плиту опускают и продолжают высушивание в течение времени, установленного для данного продукта.

Пакеты с высушенными пробами охлаждают в эксикаторе 3—5 мин и взвешивают.

5.1.4. Обработка результатов

М а с с о в у ю д о л ю в л а г и в п р о д у к т е W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{5},$$

где m — масса пакета с навеской до высушивания, г;

m_1 — масса пакета с навеской после высушивания, г;

5 — навеска продукта, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,5 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

М а с с о в у ю д о л ю с у х о г о в е щ е с т в а в п р о д у к т е C вычисляют по формуле

$$C = 100 - W,$$

где W — массовая доля влаги, %.

5.2. Определение влаги путем нагревания и высушивания в обезвоженном топленом масле или парафине

5.2.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

стаканы алюминиевые;
прибор нагревательный;
лист металлический;
держатель металлический;
стекло часовое;
зеркало;

масло топленое обезвоженное;
парафин нефтяной пищевой по ГОСТ 23683—89.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2.2. Подготовка к анализу

В сухой алюминиевый стакан (без крышки) кладут кружок пергамента, закрывающий дно стакана и на 0,5 см нижнюю часть его стенок. Взвешивают в стакане от 5 до 8 г обезвоженного топленого масла или парафина и 5 г испытуемого продукта погрешностью не более 0,01 г.

5.2.3. Проведение анализа

С помощью специального металлического держателя или щипцов алюминиевый стакан осторожно, особенно вначале, нагревают, поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская вспенивания и разбрызгивания. Нагревание производят до прекращения отпотевания холодного зеркала или часового стекла, поддерживаемого над стаканом.

Признаком конечного периода испарения воды служит прекращение вспенивания и треска и появление легкого побурения. После высушивания стакан охлаждают на чистом, гладком металлическом листе и взвешивают.

5.2.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m - m_0},$$

где m_0 — масса алюминиевого стакана с обезвоженным топленным маслом или парафином, пергаментом, г;

m — масса алюминиевого стакана с обезвоженным топленным маслом или парафином, пергаментом и навеской продукта до нагревания, г;

m_1 — масса алюминиевого стакана с обезвоженным топленным маслом или парафином, пергаментом и навеской продукта после удаления влаги, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,5 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Массовую долю сухого вещества в продукте вычисляют по формуле

$$C = 100 - W,$$

где W — массовая доля влаги, %.

ба. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ В СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ (102 ± 2) °С

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

ба.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88,

шкаф сушильный лабораторный,

С. 7 ГОСТ 3626—73

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82,
силикагель по ГОСТ 3956—76 или другие гигроскопические материалы,
индикатор влажности,
чашки стеклянные лабораторные по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82,
чашки выпарительные 2; 3 по ГОСТ 9147—80,
баня водяная,
щипцы для чашек,
палочки стеклянные,
печь муфельная,
плитка электрическая по ГОСТ 14919—83,
мешалка механическая,
сито с отверстиями 1—1,5 мм,
песок промытый и прокаленный,
кислота соляная по ГОСТ 3118—77,
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72,
вода питьевая по ГОСТ 2874—82*.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ба.2. Подготовка к анализу

ба.2.1. Песок просеивают через сито с диаметром отверстий 1,5 мм, затем через сито с диаметром 1,0 мм. Берут ту часть, которая осталась на втором сите, промывают питьевой водой, после чего кипятят 30 мин с 25 %-ным раствором соляной кислоты, промывают питьевой, затем дистиллированной водой (или водой аналогичного качества) до отрицательной реакции на хлориды, после чего просушивают на воздухе и прокаливают в муфельной печи или на электрической плитке (500 ± 25) °С.

ба.2.2. Пробу нагревают до температуры не выше 30 °С, обеспечивающей гомогенное состояние при перемешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20 °С) при постоянном перемешивании.

ба.3. Проведение анализа

12—30 г песка помещают в чашку. Чашку с песком и стеклянной палочкой сушат в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С) и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В чашку взвешивают от 5 до 10 г масла с погрешностью не более 0,001 г, тщательно перемешивают с песком. Ставят чашку в сушильный шкаф и сушат при температуре (102 ± 2) °С не менее 2 ч.

Затем содержимое чашки охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С) и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Если после повторного высушивания масса увеличится, для расчета берут результаты предыдущего взвешивания.

ба.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги в масле W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m_0},$$

где m_0 — масса чашки с песком и стеклянной палочкой, г;

m_1 — масса чашки с песком и стеклянной палочкой и маслом до высушивания, г;

m_2 — масса чашки с песком и стеклянной палочкой и маслом после высушивания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

6. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ В МАСЛЕ БЕЗ НАПОЛНИТЕЛЕЙ

6.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

весы маслопробные неравноплечные СМП-84 по ГОСТ 13675—68;

стакан алюминиевый;

прибор нагревательный;

держатель металлический;

стекло часовое;

зеркало.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.2. Подготовка к анализу

В сухой алюминиевый стакан взвешивают 5 или 10 г исследуемого топленого или сливочного масла с погрешностью не более 0,01 г.

6.3. Проведение анализа

С помощью специального металлического держателя или щипцов алюминиевый стакан осторожно, особенно вначале, нагревают, поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская вспенивания и разбрызгивания. Нагревание производят до прекращения отпотевания холодного зеркала или часового стекла, поддерживаемого над стаканом.

Признаком конечного периода испарения воды служит прекращение вспенивания и треска и появление легкого побурения. После высушивания стакан охлаждают на чистом, гладком металлическом листе и взвешивают.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_0},$$

где m — масса алюминиевого стакана с навеской продукта до нагревания, г;

m_1 — масса алюминиевого стакана с навеской продукта после удаления влаги, г;

m_0 — навеска продукта, г.

Расхождение между параллельными определениями не должно быть более 0,1 % — для топленого масла; 0,2 % — для сливочного масла. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

7. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ В МАСЛЕ С НАПОЛНИТЕЛЯМИ, МАСЛЯНОЙ ПАСТЕ, СЛИВОЧНО-РАСТИТЕЛЬНОМ СПРЕДЕ И СЛИВОЧНО-РАСТИТЕЛЬНОЙ ТОПЛЕННОЙ СМЕСИ

(Поправка)*.

7.1. Аппаратура, материалы и реактивы:

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

весы маслопробные неравноплечные СМП-84;

стакан алюминиевый;

прибор нагревательный;

шкаф сушильный;

держатель металлический;

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12126—76;

* Действует на территории Российской Федерации.

С. 9 ГОСТ 3626—73

кальций хлористый безводный по ГОСТ 450—77;
стекло часовое;
зеркало.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

7.2. Подготовка к анализу

Алюминиевый стакан с тремя бумажными роликами на его дне (фильтровальную бумагу разрезают на полосы шириной 7—8 мм и длиной 620 мм и свертывают каждую полосу в отдельности посредством палочки в виде ролика, который не должен быть очень тугим) помещают в сушильный шкаф с температурой (102 ± 2) °С. Через 1 ч стакан вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и отвешивают в нем с той же погрешностью 10 г масла.

7.3. Проведение анализа

С помощью металлического держателя или щипцов алюминиевый стакан с маслом, масляной пастой, сливочно-растительным спредом, сливочно-растительной топленой смесью осторожно, особенно вначале, нагревают, поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская вспенивания и разбрызгивания. Нагревание производят до прекращения отпотевания холодного зеркала или часового стекла, поддерживаемого над стаканом.

Признаком конечного периода удаления влаги служит прекращение образования пузырьков на роликах. После высушивания стакан охлаждают на чистом гладком металлическом листе и взвешивают.

(Поправка)*.

7.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги в масле W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{10},$$

где m — масса алюминиевого стакана с бумажными роликами и навеской продукта до нагревания, г;
 m_1 — масса алюминиевого стакана с роликами и навеской продукта после удаления влаги, г;
10 — навеска продукта, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,2 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

8. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЕЗЖИРЕННОГО СУХОГО ВЕЩЕСТВА В МАСЛЕ БЕЗ НАПОЛНИТЕЛЕЙ

8.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 4-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104—88;

весы маслопробные неравноплечные СМП-84 по ГОСТ 13675—68;

стакан алюминиевый;

прибор нагревательный;

держатель металлический;

стекло часовое;

зеркало;

палочка стеклянная;

спиртовка;

эфир этиловый;

бензин-растворитель для резиновой промышленности.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

* Действует на территории Российской Федерации.

8.2. Проведение анализа

Массовую долю обезжиренного сухого вещества в масле определяют после определения в нем массовой доли влаги.

В алюминиевый стакан вкладывают стеклянную палочку и взвешивают. В стакан отвешивают навеску исследуемого масла: 10 г сливочного или 20 г топленого масла, взвешенные с погрешностью не более 0,01 г. Массовую долю влаги определяют по пп. 6.3; 6.4.

Остаток в алюминиевом стакане после определения массовой доли влаги слабо нагревают до расплавления жира, приливают 50 см³ бензина или этилового эфира, смесь тщательно перемешивают палочкой и оставляют в покое на 3—5 мин для осаждения осадка. Плавающие на поверхности бензина частицы, не осаждающиеся на дно, указывают на неполное выпаривание влаги. В этом случае определение должно быть повторено.

После отстаивания осадка бензино-жировой раствор осторожно сливают, не взмучивая осадка, оставляя в стакане 1—2 см³ бензино-жирового раствора. Обработку осадка бензином повторяют три раза.

Остаток в стакане нагревают на слабом пламени спиртовки или на электроплитке до полного удаления бензина. Полное удаление бензина определяют по рассыпчатости остатка при перемешивании его стеклянной палочкой.

Стакан с содержимым охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

8.3. Обработка результатов

Массовую долю сухого обезжиренного вещества масла без наполнителей C_0 , %, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0},$$

где m_0 — масса пустого стакана со стеклянной палочкой, г;

m — масса стакана со стеклянной палочкой и навеской масла, г;

m_1 — масса стакана с обезжиренным сухим веществом после удаления бензино-жирового раствора, г.

Массовую долю сухого обезжиренного вещества соленого масла C_{01} , %, вычисляют по формуле

$$C_{01} = C_0 - b,$$

где C_0 — массовая доля сухого обезжиренного вещества соленого масла (вместе с солью);

b — массовая доля соли, определенная по ГОСТ 3627—81.

9. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУХОГО ОБЕЗЖИРЕННОГО ОСТАТКА В СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$

Метод применяется при возникновении разногласия в оценке качества.

9.1. Аппаратура, материалы, реактивы:

весы лабораторные 2-го класса точности, цена поверочного деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104—88,

шкаф сушильный лабораторный,

эксикатор по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82,

силикагель по ГОСТ 3956—76 или другие гигроскопические материалы,

индикатор влажности,

чашки стеклянные лабораторные по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82,

чашки выпарительные 2; 3 по ГОСТ 9147—80,

фильтры стеклянные и изделия с фильтрами класса ПОР250 или ПОР160 по ГОСТ 25336—82 и ГОСТ 23932—90,

колбы с тубусом по ГОСТ 23932—90 и ГОСТ 25336—82,

насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336—82,

баня водяная,

плитка электрическая по ГОСТ 14919—83,

мешалка механическая,

С. 11 ГОСТ 3626—73

эфир петролейный ч. д. а. с температурой кипения от 30 до 60 °С, высушенный над обезвоженным сульфатом натрия.

Допускается применять другие средства измерений, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам требованиям настоящего стандарта, прошедшие государственные испытания и метрологическую аттестацию в органах Госстандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

9.2. Подготовка к анализу

Пробу нагревают до температуры не выше 30 °С, обеспечивающей гомогенное состояние при перемешивании механической мешалкой или вручную. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20 °С) при постоянном перемешивании.

9.3. Проведение анализа

Чашку и тигель высушивают при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С) и взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г.

В охлажденную чашку отвешивают около 10 г пробы с погрешностью не более 0,0001 г.

Осторожно нагревают чашку, растапливают масло, продолжают нагревание до тех пор, пока масло перестанет пениться, не допуская при этом перегрева.

Чашку с содержимым охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20 °С).

Добавляют от 20 до 25 см³ петролейного эфира и растворяют жир легким перемешиванием. Переливают раствор и осадок в тигель и фильтруют при помощи вакуумного насоса.

Обработку петролейным эфиром и переливание раствора и осадка в тигель повторяют пять раз. Чашку и тигель сушат в течение 2 ч при температуре (102 ± 2) °С.

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 30 мин до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Сушку, охлаждение и взвешивание повторяют через 30 мин до получения постоянной массы (изменение массы не должно превышать 0,001 г.).

9.4. Обработка результатов

Массовую долю сухого обезжиренного остатка C , %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m_2 - m_1) + (m_4 - m_3)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_3 — масса пустой чашки, г;

m_4 — масса чашки с осадком, г;

m — масса навески масла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

Разд. 9. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**