

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

Vegetable oils.
Methods for determination of moisture and volatile matters

ГОСТ
11812—66

ОКСТУ 9141

Дата введения 1967—01—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения массовой доли влаги и летучих веществ или собственно влаги.

Применение методов устанавливается в стандартах или технических условиях на каждый вид масла.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ И ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

1.1. Аппаратура

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 или СН-45/13, или СН-60/14 по ГОСТ 25336 или бюксы алюминиевые диаметром 50 мм и высотой 50 мм.

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

1.3. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают.

1.4. Стаканчик для взвешивания предварительно высушивают в течение 30 мин при температуре 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Проведение испытания

1.5. В предварительно высушенный стаканчик взвешивают около 5 г испытуемого масла на весах второго класса точности с записью результата до четвертого знака после запятой и высушивают его при температуре 100—105 °С до постоянной массы (для высыхающих масел — при температуре не выше 100 °С).

Первое взвешивание производят после высушивания масла в течение 20 мин, последующие взвешивания — после 15 мин высушивания. Постоянная масса считается достигнутой, если уменьшение массы при двух последовательных взвешиваниях не превышает 0,0005 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.6. Массовую долю влаги и летучих веществ в испытуемом масле (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — масса испытуемого масла, г;

m_1 — масса стаканчика с маслом до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с маслом после высушивания, г.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

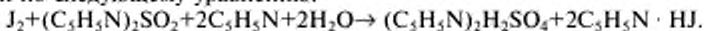


1.7. Конечный результат испытания выражается как среднее арифметическое из двух параллельных определений.

1.8. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,04 %.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОБСТВЕННО ВЛАГИ

2.1. В маслах, содержащих большой процент глицеридов летучих жирных кислот (кокосовое масло, пальмоядровое масло и др.), массовую долю влаги определяют методом Фишера, основанным на способности йода в двуокиси серы количественно взаимодействовать в присутствии пиридина с водой по следующему уравнению:



Количество йода, вступившего в реакцию, определяют прямым титрованием.

2.2. А п п а р а т у р а, р е а к т и в ы, м а т е р и а л ы

Колбы конические Кн-1—250—19/26 ТС или Кн-1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Колба КГУ-2—1—1000—29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 20 см³.

Трубки ТХ-П-1—17 или ТХ-П-2—19 по ГОСТ 25336.

Допускается применение лабораторной посуды по другой нормативно-технической документации и импортной, имеющей аналогичные метрологические характеристики.

Реактив Фишера (раствор 1 и раствор 2) по ТУ 6—09—14—87, ч.д.а.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3—2.9. **(Исключены, Изм. № 1).**

2.10. О т б о р п р о б производят по ГОСТ 5471. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и фильтруют.

Проведение испытания

2.11. Для определения берут массу масла около 20 г (с записью результата до второго десятичного знака) в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см³. В колбу приливают 20 см³ раствора 1 и после растворения в нем жира смесь титруют раствором 2 до появления слабой красновато-коричневой окраски.

В таких же условиях проводят контрольный опыт.

2.12. Массовую долю влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора 2, пошедший на титрование в основном опыте, см³;

V_2 — объем раствора 2, пошедший на титрование в контрольном опыте, см³;

T — титр раствора 2, выраженный, г H₂O;

m — масса масла, г.

Если жир полностью не растворяется в растворе 1, к массе приливают вначале 10 см³ безводного хлороформа, содержимое колбы перемешивают и затем приливают в нее 20 см³ раствора 1.

В этом случае при проведении контрольного опыта берут такое же количество хлороформа.

Реактив, находящийся в бюретке, не должен соприкасаться с воздухом. Рекомендуется пользоваться автоматическими бюретками, сообщаемыми с воздухом через защитные осушительные трубки.

Титрование можно также проводить и из обыкновенных бюреток, имеющих в верхней части хлоркальциевые трубки, заполненные свежепрокаленным хлористым кальцием.

Необходимо следить за тем, чтобы реактив в процессе титрования как можно меньше соприкасался с воздухом.

Для этого следует кончик бюретки в процессе титрования держать внутри колбы, горлышко которой плотно закрывается тампоном из гигроскопической ваты.

Метод позволяет быстро и точно определять массовую долю влаги в маслах и жирах.

Продолжительность определения при анализе светлых масел составляет 10 мин.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,005 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.13. Допускается проводить испытание по ИСО 662—80 в соответствии с приложением.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

**ИСО 662—80
ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ И ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ**

1. Назначение и область применения

В настоящем стандарте устанавливаются два метода определения:

метод А с использованием песчаной бани или электроплитки;

метод В с использованием термостата.

Метод А применим для всех жиров и масел.

Метод В применим только для невясыхающих жиров и масел с кислотным числом менее 4. Ни при каких обстоятельствах не следует проводить с помощью этого метода анализ лауриновых масел.

2. Ссылка

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб.

3. Определение

Влага и летучие вещества — потеря массы продукта в результате нагревания его при $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ в условиях, устанавливаемых настоящим стандартом, и выраженная как массовая доля в процентах.

4. Сущность

Нагревание анализируемой пробы при $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до полного удаления влаги и летучих веществ и определение потерь ее массы.

5. Метод А

5.1. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и аппаратура, указанная в пп. 5.1.1—5.1.5.

5.1.1. Весы аналитические.

5.1.2. Чашка фарфоровая или стеклянная диаметром 80—90 мм и около 30 мм глубиной.

5.1.3. Термометр, отградуированный в интервале 80—110 °С, длиной около 100 мм с защищенным ртутным шариком и с расширенной камерой на его верхнем конце.

5.1.4. Баня песчаная или плитка электрическая.

5.1.5. Эксикатор, содержащий активный осушитель.

5.2. Методика определения

5.2.1. *Приготовление испытуемого образца*

Приготавливают испытуемый образец в соответствии с ГОСТ 5471.

5.2.2. *Проба для анализа*

Отвешивают с точностью до 0,001 г примерно 20 г пробы для анализа (п. 5.2.1) в чашку (п. 5.1.2), которую предварительно высушивают вместе с термометром (п. 5.1.3).

5.2.3. *Проведение испытания*

Нагревают чашку с пробой (п. 5.2.2) на песчаной бане или электрической плитке (п. 5.1.4), допуская скорость повышения температуры около 10 °С/мин до достижения 90 °С и при постоянном помешивании термометром.

Уменьшают скорость нагрева, следя за ней по скорости возникновения пузырьков у дна чашки, и дают температуре подняться до $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$. Выше 105 °С нагревать не следует. Продолжают перемешивание, касаясь дна чашки, вплоть до полного прекращения образования пузырьков.

Для гарантии удаления всей влаги повторяют нагревание до температуры $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ несколько раз, охлаждая после каждого нагревания до 95 °С. Затем дают чашке и термометру охладиться до комнатной температуры в эксикаторе (п. 5.1.5) и взвешивают с точностью до 0,001 г. Повторяют эту операцию до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний не перестанет превышать 2 мг.

5.2.4. *Количество определений*

Проводят два определения на одном образце (п. 5.2.1).

6. Метод В

6.1. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и аппаратура, указанная в пп. 6.1.1—6.1.4.

6.1.1. Весы аналитические.

6.1.2. Бюкса стеклянная с плоским дном диаметром приблизительно 50 мм и высотой 30 мм.

6.1.3. Электротермостат, обеспечивающий температуру $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.1.4. Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

6.2. Методика определения

6.2.1. *Приготовление испытуемого образца*

Приготавливают испытуемый образец в соответствии с ГОСТ 5471—83.

6.2.2. *Проба для анализа*

Отвешивают с точностью до 0,001 г примерно 5 или 10 г пробы для анализа (п. 6.2.1), в зависимости от ожидаемого содержания влаги и летучих веществ, в предварительно высушенную бюксу (п. 6.1.2) и после этого взвешивают.

6.2.3. *Проведение испытания*

Помещают бюксу с пробой для анализа (п. 6.2.2) на 1 ч в термостат (п. 6.1.3), регулируемый на $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Дают охладиться до комнатной температуры в эксикаторе (п. 6.1.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г. Повторяют операции нагрева, охлаждения и взвешивания, поддерживая продолжительность каждого из последующих высушиваний в термостате равной 30 мин до тех пор, пока потеря массы между двумя последовательно проводимыми взвешиваниями не станет меньше или равной 2 или 4 мг, в зависимости от массы пробы для анализа.

Примечание. Увеличение массы анализируемой пробы после повторных нагреваний указывает на то, что происходит самоокисление жира или масла. В этом случае для расчета принимают результат с наименьшим зарегистрированным значением массы. В этом случае лучше применить метод А.

6.2.4. *Количество определений*

Проводят два определения на одном образце (п. 6.2.1).

7. Обработка результатов

7.1. *Способ и формула расчета*

Массовую долю влаги и летучих веществ в процентах рассчитывают по формуле

$$\frac{m_1 - m_0}{m_1 - m_2} \cdot 100,$$

где m_0 — масса чашки и термометра (п. 5.2.2) или стеклянной бюксы (п. 6.2.2), г;

m_1 — масса чашки, термометра и пробы для анализа (п. 5.2.2) или бюксы и пробы для анализа (п. 6.2.2) до нагревания, г;

m_2 — масса чашки, термометра и остатка (п. 5.2.3) или бюксы и остатка (п. 6.2.3) после нагревания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, если условия сходимости были выполнены.

Результат записывают до второго десятичного знака.

7.2. *Сходимость*

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним и тем же аналитиком одновременно или непосредственно одно за другим, не должно превышать 0,05 г влаги и летучих веществ на 100 г образца.

8. Протокол испытания

В протоколе испытания должен указываться использованный метод и полученные результаты. В протоколе должны быть отражены все детали испытания, не определенные настоящим стандартом, или рассматриваемые как оптимальные, а также все обстоятельства, которые могут оказать влияние на результат. Протокол должен включать все характеристики, необходимые для полной идентификации образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Введено дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Всесоюзным научно-исследовательским институтом жиров
- 2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 12.02.66
- 3 Международный стандарт ИСО 662—80** применен в качестве приложения
- 4 ВЗАМЕН ГОСТ 10766—64** в части метода определения содержания влаги и ГОСТ 5473—50
- 5 Срок проверки** — II кв. 1997 г., периодичность проверки — 5 лет
- 6 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 5471—83	1.2, 2.10, приложение
ГОСТ 24104—88	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1, 2.2
ТУ 6—09—14—87—76	2.2

- 7 Ограничение срока действия снято** Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.91 № 2348
- 8 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1981 г., августе 1986 г., декабре 1991 г. (ИУС 10—81, 11—86, 5—92)**