ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

Издание официальное

Узбекское агенство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент – 2014

Предисловие

- Разработан и внесен: ООО «Ёғ тахлил сервис»
- Утвержден и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «10» 03 2014г. № 05-52
- Взамен O'zDSt 1193:2009

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт»

O'ZBEKISTON AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Узбекистана принадлежит Агентству «Узстандарт»

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

ЎСИМЛИК ЁҒЛАРИ

Намлик ва учувчи моддаларни аниқлаш усуллари

VEGETABLE OILS

Methods for determination of moisture and volatile matters

Дата введения с 11.03.2014

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

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

Применение методов устанавливается в стандартах на каждый вид масла.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 29252-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания.

ИСО 662-80 Жиры и масла животные и растительные. Определение влаги и летучих веществ.

O'zDSt 1201:2014 Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб.

Примечание: При пользовании настоящим стандартом необходимо проверить действие ссылочных стандартов по указателю стандартов, который составлен по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение в котором дана ссылка на него применяется в части не затрагивающей эту ссылку.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
4157
«10» 03 2014-yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения:

- растительное масло – масло, представляющее собой смесь триглицеридов высших жирных кислот и сопутствующих им веществ, извлекаемое из растительного сырья.

Примечание: Основными сопутствующими веществами являются: фосфатиды, жирные кислоты, неомыляемые вещества, пигменты;

- влага – показатель, характеризующий количественное содержание воды в растительном масле.

4 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ И ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

4.1 Аппаратура

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

Эксикатор 2-190 или 2-250 по ГОСТ 25336;

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором. По действующей нормативной документации;

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

4.2 Отбор проб производят по O'zDSt 1201.

4.3 Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают.

4.4 Стаканчик для взвешивания предварительно высушивают в течение 30 min при температуре 100-105^{0}C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.5 Проведение испытания

В предварительно высушенный стаканчик взвешивают около 5 g испытуемого масла на весах второго класса точности с записью результата до четвертого десятичного знака после запятой и высушивают его при температуре при 100-105^{0}C до постоянной массы (для высыхающих масел – при температуре 100^{0}C).

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

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

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

m – масса испытуемого масла, g;

m – масса стаканчика с маслом до высушивания, g;

m – масса стаканчика с маслом после высушивания, g.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
O'ZBEKISTON DAVLAT
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
SERTIFIKATLASHTIRISH
JOINIY ETICH BOSHQARMASI

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

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

5 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОБСТВЕННО ВЛАГИ

5.1 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:

$$J_2+(C_5H_5N)_2SO_2+2\ C_5H_5N+2H_2O\rightarrow (C_5H_5N)_2H_2SO_4+2\ C_5H_5N\bullet HJ$$

Количество йода, вступившего в реакцию, определяют прямым титрованием.

5.2 Аппаратура, реактивы, материалы

Колбы конические $К_н$-1-250=19/26 ТС или $К_н$-1-250-24/29 по ГОСТ 25336

Бюретка 1-2-25-0,05 по ГОСТ 29252

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

Пипетки 2-1-20 или 3-1-20 по ГОСТ 25336

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

Реактив Фишера (раствор 1 и раствор 2) ч.д.а. по действующей нормативной документации.

5.3 Отбор проб производят по O'zDSt 1201. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и фильтруют.

5.4 Проведение испытания

Для определения берут массу масла около 20 g (до второго десятичного знака) в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 cm^3. В колбу приливают 20 cm^3 раствор 1 и после растворения в нем жира смесь титруют раствором 2 до появления слабой красновато-коричневой окраски.

В таких же условиях проводят контрольный опыт.

5.5 Массовую долю влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(V_1-V_2)\bullet T\bullet 100}{m},$$

где V_1 – количество раствора 2, пошедшее на титрование в основном опыте, cm^3;

V_2 – количество раствора 2, пошедшее на титрование в контрольном опыте, cm^3;

T – титр раствора 2, выраженный, g H_2O;

m – масса масла, g.

Если жир полностью не растворяется в растворе 1, к массе приливают вначале 10 cm^3 безводного хлороформа, содержимое колбы перемешивают и затем приливают в неё 20 cm^3 раствора 1.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
STANDARTLASHTIRISH, DANLAT
NAZORATINI OLIB BORISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

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

Раствор, находящийся в бюретке, не должен соприкасаться с воздухом. Рекомендуется пользоваться автоматическими бюретками, сообщающимися 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 раствор 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 min.

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

5.6 Допускается проводить испытание по ИСО 662 в соответствии с приложением.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
MUSTAQIL METROLOGIYA VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ПРИЛОЖЕНИЕ
(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 невысыхающих жиров и масел с кислотным числом менее 4. Ни при не каких обстоятельствах не следует проводить с помощью этого метода анализ лауриновых масел.

2 Ссылка

ГОСТ 5471 «Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб».

3 Определение

Влага и летучие вещества – потеря массы продукта в результате нагревания его при $(103\pm2)^0$C в условиях, устанавливаемых настоящим стандартом, и выраженная как массовая доля в процентах.

4 Сущность

Нагревание анализируемой пробы при $(103\pm2)^0$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 5.1.1 – 5.1.5.

5.1.1 Весы аналитические.

5.1.2 Чашка фарфоровая или стеклянная диаметром 80-90 mm и около 30 mm глубиной.

5.1.3 Термометр, отградуированный в интервале 80-110^{0}C, длиной около 100 mm с защищенном 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

Приготовляют испытуемый образец в соответствии с ГОСТ 5471

5.2.2 Проба для анализа

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

O'zbekiston Respublikasi
Standartlashtirish, metrologiya
va sertifikatlashtirish davlat
qo'mitasi tomonidan
tasdiqlangan nusxasi

5.2.3 Проведение испытания

Нагревают чашку с пробой (п.п.5.2.2) на песчаной бане или электрической плитке (п.п.5.1.4), допуская скорость повышения температуры около 10^0C/min до достижения 90^0C и при постоянном помешивании термометром.

Уменьшают скорость нагрева, следя за ней по скорости возникновения пузырьков у дна чашки, и дают температуре подняться до $(103\pm2)^0$C. Выше 105^0C нагревать не следует. Продолжают перемешивания, касаясь дна чашки, вплоть до полного прекращения образования пузырьков.

Для гарантии удаления всей влаги повторяют нагревание до температуры $(103\pm2)^0$C несколько раз, охлаждая после каждого нагревания до 95^0C. Затем дают чашке и термометру охладиться до комнатной температуры в эксикаторе (п.п.5.1.5) и взвешивают с точностью до 0,001 g. Повторяют эту операцию до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний не перестанет превышать 2 mg.

5.2.4 Количество определений

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

6 Метод В

6.1 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и аппаратура, указанная в п.п.6.1.1-6.1.4.

6.1.1 Весы аналитические.

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

6.1.3 Электротермостат, обеспечивающий температуру $(103\pm2)^0$C.

6.1.4 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

6.2 Методика определения

6.2.1 Приготовление испытуемого образца

Приготовляют испытуемый образец в соответствии с ГОСТ 5471

6.2.2 Проба для анализа

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

6.2.3 Проведение испытания

Помещают бюксу с пробой для анализа (п.п.6.2.2) на 1 ч в термостат (п.п.6.1.3), регулируемый на $(103\pm2)^0$C. Дают охладиться до комнатной температуре в эксикаторе (п.п.6.1.4) и взвешивают с точностью 0,001 g. Повторяют операции нагрева, охлаждения и взвешивания, поддерживая продолжительность каждого из последующих высушиваний в термостате равной 30 min до тех пор, пока потеря массы между двумя последовательно проводимыми взвешиваниями не станет меньше или равна 2 или 4 mg, 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

STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
NAZORATINI AMALGA OSHIRUVCHI LABORATORIYA VA
AKKREDITATSIYADAN O'TGAN
SERTIFIKAT RAQAMI

этом случае для расчета принимают результат с наименьшим зарегистрированным значением массы. В этом случае лучше применять метод А.

6.2.4 Количество определений

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

7 Обработка результатов

7.1 Способ и формула расчета

Массовую долю влаги и летучих веществ, в процентах, рассчитывают по формуле:

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

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

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

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

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 должна превышать 0,05 g влаги и летучих веществ на 100 g 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.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA VA SERTIFIKATLASHTIRISH AGENTLIGI

Библиографические данные

УДК 665.3.001.4:006.354 ОКСТУ 9141 ОКС 67.200.10 Группа Н69

Ключевые слова: содержание влаги и летучих веществ, собственная влага, определение, сущность, сходимость протокол испытания.

O'ZBEKISTON AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
MAZKORLARNI METROLOGIYALASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____ В.Х. Джураев
«24» 01 2014г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____ Пардаев Г.Э.
«22» 01 2014г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____ О.О. Зуфаров
«22» 01 2014г.

Директор ООО «Yog' tahlil servis»
_____ Н.Ш. Шарипов
«12» 12 2014г.