ГОСТ 28879—90
(ИСО 939—80)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЯНОСТИ И ПРИПРАВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ МЕТОДОМ ОТГОНКИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.5:001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЯНОСТИ И ПРИПРАВЫ

Определение влаги методом отгонки

ГОСТ 28879—90 (ИСО 939—80)

Spices and condiments.
Determination of moisture by distillation method

МКС 67.220.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.91

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий стандарт применим для большинства пряностей и приправ. Вследствие разнообразия таких продуктов может возникнуть необходимость модифицировать метод или выбрать более подходящий.

Такие модификации или другие методы указывают в стандартах на пряности и приправы.

Требования настоящего стандарта являются рекомендуемыми.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения влаги отгонкой в пряностях и приправах.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 28875—90 Пряности. Приемка и методы анализа.
ГОСТ 28876—90 (ИСО 948—80) Пряности и приправы. Отбор проб.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Содержание влаги — количество воды, в процентах (по массе), перегнанное и собранное в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Определение количества воды, увлеченной азеотропной отгонкой при помощи органического растворителя, не смешивающегося с водой, и собранной в градуированной пробирке.

5. РЕАКТИВ

5.1. Толуол

Насыщают толуол водой, встряхивая его с небольшим количеством воды, и перегоняют. Используют отогнанный толуол для определения влаги.

Примечание. Для определения влаги используют различные растворители.

Если в стандарте на пряности и приправы не указан другой растворитель, то для определения должен быть использован в качестве растворителя толуол.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1990
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

6. АППАРАТУРА

6.1. Прибор для отгонки (см. чертеж и приложение) состоит из частей, указанных в пп. 6.1.1—6.1.3.

6.1.1. Колба короткогорлая вместимостью 500 см^3.

6.1.2. Обратный холодильник.

6.1.3 Приемник с градуированной пробиркой, расположенной между колбой и холодильником.

6.2. Аналитические весы.

7. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 28876.

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1. Подготовка прибора

Промывают прибор моющей смесью бихромата калия и серной кислоты, чтобы свести к минимуму сцепление водяных капель со стенками холодильника и приемника. Тщательно ополаскивают водой и полностью высушивают перед определением.

8.2. Подготовка пробы для анализа

Подготовка пробы для анализа — по ГОСТ 28875.

8.3. Аналитическая проба

Взвешивают с точностью до 0,01 г около 40 г пробы для анализа (п. 8.2), чтобы количество собранной воды не превышало 4,5 см^3.

8.4. Ход анализа

Количественно переносят аналитическую пробу (п. 8.3) в колбу для отгонки (п. 6.1.1) с толуолом (п. 5.1), добавляют достаточное количество толуола (около 75 см^3 целиком), чтобы образец покрыть полностью, и встряхивают колбу для перемешивания содержимого. Устанавливают прибор и наполняют приемник (п. 6.1.3) толуолом по каплям через холодильник (п. 6.1.2), пока не начнется переливание в колбу для отгонки. Если необходимо, закрывают верхнюю часть холодильника пробкой из рыхлой ваты или вставляют небольшую хлоркальциевую трубку, чтобы предотвратить конденсацию атмосферной влаги в самом холодильнике. Чтобы регулировать дефлегмацию, обертывают колбу и трубку, ведущую к сборнику, асбестовой тканью. Нагревают колбу так, чтобы скорость отгонки была около 100 капель в мин. Когда большая часть воды отгонится, увеличивают скорость отгонки до 200 капель в мин и отгоняют, пока не прекратится капание воды. Время от времени холодильник промывают во время отгонки 5 см^3 толуола, чтобы смыть влагу, осевшую на стенках. Для отделения воды от толуола в приемнике и холодильнике может быть помещена медная спираль, которую периодически надо двигать вверх и вниз, таким образом вызывая осаждение воды на дно приемника. Проводят отгонку, пока уровень воды в приемнике не останется постоянным в течение 30 мин, и затем отключают источник тепла.

Промывают холодильник толуолом, как требуется, используя медную спираль, чтобы освободиться от капель влаги.

Погружают приемник в воду при комнатной температуре на 15 мин или пока слой толуола не станет прозрачным; затем отмечают объем воды.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю влаги в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{100 \cdot V \cdot \rho}{m},$$

где V — объем отогнанной воды, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

ρ — плотность воды, г/см^3.

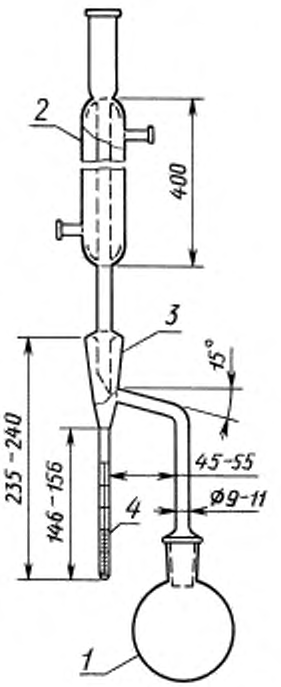
Принято, что плотность воды равна 1 г/см^3.

10. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа должен быть указан использованный метод и полученный результат. В протоколе указывают условия анализа, не установленные настоящим стандартом, и другие условия, влияющие на результат.

Протокол должен содержать все данные, необходимые для полной идентификации пробы.

Прибор для отгонки



1 — колба; *2* — обратный холодильник; *3* — приемник; *4* — градуированная пробирка

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИБОР ДЛЯ ОТГОНКИ

Аппарат состоит из нагреваемой стеклянной колбы, обратного холодильника и приемника, который соединен с колбой. Соединения между приемником и холодильником и колбой — это взаимозаменяемые шлифованные соединения. Приемник служит для отбора и измерения сконденсированной воды и возвращения растворителя в колбу.

Прибор показан на чертеже и содержит следующие составные части:

1) Колбу вместимостью 500 $см^3$, изготовленную из термостойкого стекла, хорошо обожженного и, по возможности, без полос и прочих дефектов.

2) Обратный холодильник, охлаждаемый водой, стеклянный, длиной 400 мм и диаметром внутренней трубки от 9,5 до 12,5 мм. Конец холодильника, вставленный в приемник, может быть отшлифован под углом 30° от вертикальной оси холодильника. При помещении в приемник конец холодильника должен находиться на 6—7 мм выше поверхности жидкости в приемнике, после того как условия отгонки установлены.

3) Приемник вместимостью 5 $см^3$ изготовлен из термостойкого стекла, хорошо обожженного и, по возможности, без полос и прочих дефектов, снабжен шлифованными стеклянными соединениями (форма, размеры и допуски даны на рисунке), состоит в основном из верхней камеры вместе с пробиркой и притертой отводной трубкой, ведущей в колбу, и градуированной пробирки вместимостью 5 $см^3$, когда она наполнена до высшей метки.

Шкала охватывает диапазон от 0 до 5 $см^3$ и градуирована с интервалами 0,1 $см^3$. Градуировочные отметки, соответствующие каждому кубическому сантиметру, обозначены числами по всей пробирке и нанесены таким образом, что ошибка при определении любого указанного объема не превышает 0,05 $см^3$.

Источник тепла — масляная баня, электронагреватель, снабженный скользящим реостатом или другими средствами теплового контроля.

Температура масла в бане не должна быть намного выше точки кипения толуола.

4) Медная проволока, достаточно длинная, чтобы пройти через холодильник, один конец — в виде спирали. Диаметр спирали такой, чтобы она была достаточно плотно пригнана в градуированной части приемника, но не могла самопроизвольно двигаться вверх и вниз.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом СССР по управлению качеством продукции и стандартам, Всесоюзным научно-производственным объединением пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3714**

3. **Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 939—80 «Пряности и приправы. Определение содержания влаги методом отгонки» и полностью ему соответствует**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Обозначение международного стандарта	Номер пункта, раздела
ГОСТ 28875—90		Разд. 2; 8.2
ГОСТ 28876—90	ИСО 948—80	Разд. 2, 7

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2011 г.**

gost.e-ecolog.ru