ГОСТ 8285—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ ТОПЛЕНЫЕ

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.06.91 № 1042

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 8285—74

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.4.2.1
ГОСТ 1770—74	2.4.1.1, 2.4.2.1
ГОСТ 4166—76	2.6.1
ГОСТ 4204—77	2.7.1
ГОСТ 4232—74	2.4.2.1
ГОСТ 4328—77	2.4.1.1, 2.4.3.1
ГОСТ 4919.1—77	2.4.3.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 5962—67	2.4.3.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 6709—72	2.4.1.1, 2.4.2.1, 2.8.1, 2.9.1
ГОСТ 9147—80	2.4.1.1, 2.7.1
ГОСТ 10163—76	2.4.2.1
ГОСТ 18300—87	2.4.3.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 22300—76	2.4.3.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 24104—88	2.3.1, 2.4.1.1, 2.4.2.1, 2.4.3.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 24363—80	2.4.1.1, 2.4.3.1, 2.7.1, 2.9.1
ГОСТ 25336—82	2.2.5.1, 2.3.1, 2.4.1.1, 2.4.2.1, 2.4.3.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1, 2.9.1
ГОСТ 27068—86	2.4.2.1
ГОСТ 28498—90	2.2.5.1, 2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 29227—91	2.4.2.1
ГОСТ 29251—91	2.4.1.1, 2.4.2.1, 2.4.3.1
ТУ 6—02—1244—83	2.9.1
ТУ 6—09—1887—77	2.4.3.1
ТУ 6—09—5360—87	2.4.3.1, 2.9.1
ТУ 6—09—6171—84	2.7.1
ТУ 7506804—97—90	2.6.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2005 г.**

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 29.09.2005. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 50 экз. Зак. 743. С 1960.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

УДК 665.2:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ ТОПЛЕНЫЕ

Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 8285—91

Rendered animal fats.
Acceptance rules and test methods

МКС 67.200.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на топленые животные жиры (пищевые, кормовые и технические) и устанавливает правила приемки и методы испытания жира.

1. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1.1. Топленые животные жиры принимают партиями. Под партией понимают любое количество жира одного вида и сорта в одинаковой упаковке, оформленное одним документом о качестве.

При транспортировании жира в цистернах каждую цистерну принимают за партию.

1.2. Каждую упаковочную единицу подвергают проверке на соответствие требованиям по упаковке, маркировке.

1.3. Для проверки качества жира из разных мест партии отбирают 10 % объема партии, но не менее пяти упаковочных единиц (бочек, ящиков, навивных барабанов).

1.4. От партии жира, фасованного в потребительскую упаковку, отбирают по одной упаковочной единице от каждых 100.

1.5. Отбор пробы жира из приемника (отстойника) осуществляют перед сливом его в цистерну. Масса пробы должна быть не менее 600 г.

1.6. При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания на удвоенной выборке, взятой от той же партии, или на удвоенном объеме проб (для цистерн).

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Отбор проб

2.1.1. Перед вскрытием тары с продукцией крышки, на которые нанесена маркировка, очищают от загрязнений, промывают или протирают.

2.1.2. Отбор точечных проб проводят из разных слоев каждой упаковочной единицы чистым сухим пробоотборником, щупом, ножом, шпателем.

2.1.3. Устройства (пробоотборники, щупы и др.), используемые для отбора проб, должны быть изготовлены из нержавеющей стали, алюминия или полимерных материалов, разрешенных Минздравом СССР для применения в пищевой промышленности.

Не допускается применять неисправные, загрязненные и со следами ржавчины устройства.

Рекомендуемые размеры и формы устройств для отбора точечных проб приведены в приложении.

2.1.4. При отборе проб жира из транспортной тары (бочки, ящики, навивные барабаны) предварительно открывают замок на мешке-вкладыше. Отбор проб проводят на глубине не менее 50 см от поверхности.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© Стандартинформ, 2005

2.1.5. От партии жира в брикетах, стаканчиках, банках и другой потребительской упаковке точечные пробы отбирают в количестве до 50 г после вскрытия или снятия упаковки.

2.1.6. Точечные пробы, помещенные в чистую сухую банку, составляют объединенную пробу.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 600 г.

2.1.7. Объединенную пробу направляют в лабораторию, где жир расплавляют до мазеобразной консистенции, помещая банку в горячую воду, и тщательно перемешивают.

2.1.8. При направлении объединенной пробы в лабораторию, расположенную вне предприятия, ее помещают в стеклянную или металлическую, выложенную пергаментом банку, плотно закрывают притертой или корковой пробкой или закатывают металлической крышкой, опечатывают, наклеивают этикетку с указанием вида жира, номера партии или пробы и сопровождают актом отбора проб с указанием:

наименования предприятия-изготовителя, его подчиненности;

вида и сорта жира;

номера партии;

даты выработки;

даты отбора проб;

обозначения стандарта;

фамилии и должности лиц, отбиравших пробы.

2.2. Определение вкуса, запаха, консистенции, цвета и прозрачности

2.2.1. Подготовка пробы для органолептической оценки

Органолептическую оценку осуществляют не позднее 24 ч с момента отбора пробы. До начала испытания пробу хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С.

2.2.2. Запах, вкус, консистенцию и цвет определяют органолептически при температуре жира 15—20 °С.

2.2.3. Консистенцию определяют в объединенной пробе путем надавливания шпателем на жир.

При испытании устанавливают консистенцию жира: твердая, мазеобразная, жидкая.

2.2.4. Цвет жира определяют в отраженном дневном рассеянном свете. Жир помещают на пластинку молочного стекла таким образом, чтобы толщина слоя была 5 мм, после чего определяют цвет.

При испытании устанавливают цвет и оттенок испытуемого жира, например желтый, светло-желтый, светло-желтый с зеленоватым оттенком и т. д.

2.2.5. Определение прозрачности

2.2.5.1. Аппаратура

Пробирки из бесцветного стекла с внутренним диаметром 13—17 мм, высотой 150 мм по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения 0—100 °С с допускаемой погрешностью измерения ±0,1 °С по ГОСТ 28498.

2.2.5.2. Проведение испытания

Для определения прозрачности в пробирку помещают жир с таким расчетом, чтобы заполнить расплавленным жиром не менее половины пробирки. Пробирки с жиром помещают в водяную баню для расплавления жира. Расплавленный жир, имеющий температуру 60—70 °С, рассматривают в дневном рассеянном проходящем свете.

При наличии в жире пузырьков воздуха пробирке дают постоять при вышеуказанной температуре в течение 2—3 мин, после чего определяют прозрачность.

2.3. Определение содержания влаги и летучих веществ

Содержание влаги и летучих веществ в топленых жирах определяют высушиванием навески жира.

2.3.1. Аппаратура

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

Стаканчики для взвешивания стеклянные по ГОСТ 25336.

---

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40—150 °С с погрешностью ±5 °С.

2.3.2. Проведение испытания

Стаканчик для взвешивания высушивают в течение 30 мин при температуре (103±2) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Во взвешенный стаканчик вносят 2—3 г испытуемого жира, взвешивают и высушивают при температуре (103±2) °С до постоянной массы.

Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин. Постоянная масса считается достигнутой, когда разность двух последних взвешиваний не превышает 0,0002 г. Если после одного из последующих взвешиваний наблюдается прибавление массы, то для расчета принимают наименьшую массу стаканчика с веществом.

Для жиров, находящихся на хранении, первое взвешивание проводят через 30 мин, последующие — через 15 мин.

2.3.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса стаканчика с жиром до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с жиром после высушивания, г;

m — масса навески испытуемого жира, г.

2.3.4. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 23 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$. Вычисление проводят до третьего десятичного знака и округляют до второго.

2.3.5. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 30 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

2.3.6. Значения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массы влаги и летучих веществ одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,027 $\overline{X}$.

2.4. Определение степени окислительной порчи жира

2.4.1. Реакция с нейтральным красным

2.4.1.1. Аппаратура и реактивы

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

Потенциометр с погрешностью измерения не более ±0,05 pH.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Бюретка по ГОСТ 29251.

Стакан Н-1—250 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2—100—2 по ГОСТ 1770, вымеренная на наливной объем.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нейтральный красный (индикатор), свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3 с pH 7,0—7,2. Для получения раствора с pH 7,0—7,2 к нему добавляют из бюретки при постоянном перемешивании по каплям 0,01 г/дм^3 раствор гидроокиси калия или гидроокиси натрия (не более 0,8—1,0 см^3).

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор 0,01 г/дм^3 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 0,01 г/дм^3.

2.4.1.2. Проведение испытания

Кусочек топленого жира массой от 0,5 до 1,0 г помещают в фарфоровую ступку, заливают раствором нейтрального красного, растирают пестиком в течение 1 мин и сливают раствор нейтрального красного. Оставшиеся капли жидкости, если они мешают наблюдению, смывают водой и наблюдают окраску жира.

Степень окислительной порчи жира определяют по табл. 1.

Таблица 1

Свиной и бараний		Говяжий	
Окраска	Степень окислительной порчи	Окраска	Степень окислительной порчи
От желтой с зеленоватым оттенком до желтой	Свежий	От желтой до коричневой	Свежий
От темно-желтой до коричневой	Свежий, не подлежит хранению	От коричневой до коричнево-розовой	Свежий, не подлежит хранению
От коричневой до розовой	Сомнительной свежести	От коричнево-розовой до розовой	Сомнительной свежести
От розовой до красной	Испорченный	От розовой до красной	Испорченный

Примечание. Реакция с нейтральными красным не пригодна для жиров, подвергавшихся нейтрализации, и для жиров, вытопленных из отходов колбасного производства.

2.4.2. Определение перекисного числа

Перекисным числом называют количество граммов йода, выделенного из йодистого калия перекисями, содержащимися в 100 г жира.

2.4.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Колба коническая $К_н$-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1—2—2 по ГОСТ 29251.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2 по ГОСТ 29227.

Цилиндр мерный 1—25 по ГОСТ 1770.

Секундомер по НТД или часы песочные на 3 мин.

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

Баня водяная.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор 0,01 моль/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч. или ч. д. а.

Хлороформ для наркоза.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 10 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.4.2.2. Проведение испытания

В коническую колбу с притертой пробкой вносят навеску жира 0,8—1,0 г, расплавляют на водяной бане и по стенке колбы, смывая следы жира, вливают из цилиндра 10 см^3 хлороформа, а затем из другого цилиндра — 10 см^3 ледяной уксусной кислоты. Быстро вливают 0,5 см^3 насыщенного свежеприготовленного раствора йодистого калия. Закрывают колбу пробкой, смешивают содержимое колбы вращательным движением и одновременно переворачивают песочные часы или включают секундомер. Колбу ставят в темное место на 3 мин. Затем вливают 100 см^3 дистиллированной воды, в которую заранее был добавлен 1 см^3 раствора крахмала. Титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски.

2.4.2.3. Для проверки чистоты реактивов проводят контрольное определение (без жира). Реактивы считают пригодными для проведения испытания, если на контрольное определение идет не более 0,07 см^3 раствора тиосульфата натрия.

2.4.2.4. Обработка результатов

Перекисное число (X_1) в процентах йода вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}00127 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,01 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование при проведении основного опыта с навеской жира, см^3;

V_1 — объем 0,01 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование при проведении контрольного опыта (без жира), см^3;

m — масса навески испытуемого жира, г;

K — коэффициент поправки к раствору тиосульфата натрия для пересчета на точный 0,01 моль/дм^3 раствор;

0,00127 — количество граммов йода, эквивалентное 1 см^3 0,01 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия.

Перекисное число (X_1') в миллиэквивалентах ($M_{экв.}$) активного кислорода на килограмм жира вычисляют по формуле

$$X_1' = \frac{(V - V_1) \cdot N \cdot 1000}{m},$$

где N — нормальность раствора тиосульфата натрия, г/дм^3;

1000 — коэффициент перевода граммов в килограммы.

Степень окислительной порчи жира, в зависимости от перекисного числа, определяют по табл. 2.

Таблица 2

Перекисное число		Степень окислительной порчи
Процент йода	$M_{экв.}$ активного кислорода на 1 кг жира	
До 0,03	До 1,05	Свежий
От 0,03 до 0,06	От 1,05 до 2,10	Свежий, не подлежит хранению
» 0,06 » 0,10	» 2,10 » 3,00	Сомнительной свежести
Более 0,10	Более 3,00	Испорченный

2.4.2.5. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 12 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$. Вычисление проводят до третьего десятичного знака и округляют до второго.

2.4.2.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 25 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

2.4.2.7. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений перекисного числа одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,002 $\overline{X}$.

2.4.3. Определение кислотного числа

Кислотным числом называют количество миллиграммов гидроокиси калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира.

2.4.3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Колба коническая $К_н$-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1—2—25—0,05; 1—2—50 по ГОСТ 29251.

Баня водяная.

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

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, ч. д. а., спиртовой раствор 10 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4919.1.

Тимолфталеин по ТУ 6—09—1887, ч. д. а., спиртовой раствор 10 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4919.1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор 0,1 моль/дм^3 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор 0,1 моль/дм^3.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962* или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

2.4.3.2. Подготовка к испытанию

Для проведения испытания готовят смесь этилового эфира и этилового спирта в соотношении 2:1 с соответствующим индикатором, нейтрализованную раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия до слабого изменения окраски индикатора. Раствор индикатора добавляют к спирто-эфирной смеси из расчета, чтобы в 250 см^3 спирто-эфирной смеси содержалось:

1 см^3 раствора фенолфталеина при испытании пищевых и светлых технических жиров;

5 см^3 раствора тимолфталеина при испытании технических жиров, имеющих темную окраску.

2.4.3.3. Проведение испытания

Навеску испытуемого жира 3—5 г (для технического жира 1,0—1,5 г) взвешивают в коническую колбу, расплавляют на водяной бане, приливают 50 см^3 нейтрализованной спирто-эфирной смеси и взбалтывают.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

Полученный раствор при постоянном перемешивании быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия до отчетливого изменения окраски, обусловленной присутствием индикатора (фенолфталеин—розовая, тимолфталеин—синяя).

Если при титровании жидкость мутнеет, то в колбу добавляют 5—10 см^3 спирто-эфирной смеси и взбалтывают до исчезновения мутноватости; при необходимости колбу с содержимым можно слегка нагреть на водяной бане, охладить до комнатной температуры и затем закончить титрование.

При титровании 0,1 моль/дм^3 водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия объем спирта, применяемого в составе спирто-эфирной смеси, во избежание гидролиза образующегося мыла должен превышать раз в пять количество израсходованного раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

2.4.3.4. Обработка результатов

Кислотное число (X_2) в мг КОН вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot K \cdot 5{,}61}{m},$$

где V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

K — поправка к раствору щелочи для пересчета на точный 0,1 моль/дм^3 раствор;

5,61 — количество гидроокиси калия, содержащегося в 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора;

m — навеска испытуемого жира, г.

2.4.3.5. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0{,}95$ 6 % по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

2.4.3.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0{,}95$ не должно превышать 12 % по отношению к среднеарифметическому значению.

2.4.3.7. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений кислотного числа одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,042 $\overline{X}$.

2.5. Определение свободных жирных кислот (кислотности)

Содержание свободных жирных кислот определяют расчетным путем по значению кислотного числа жира (X_2). Расчет приведен по олеиновой кислоте, количество которой в животных жирах составляет около 50 %.

Массовую долю свободных жирных кислот (X_2) (кислотность) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_2}{n} \cdot 100,$$

где X_2 — кислотное число жира, мг КОН;

n — число нейтрализации олеиновой кислоты жира, мг КОН.

Число нейтрализации олеиновой кислоты (n) определяют по формуле

$$n = \frac{56{,}11 \cdot 1000}{282{,}27} = 198{,}78,$$

где 56,11 — количество г КОН, необходимое для нейтрализации одной грамм-молекулы олеиновой кислоты;

282,27 — молекулярная масса олеиновой кислоты, г;

1000 — массовая доля олеиновой кислоты, мг.

2.6. Определение массовой доли веществ, не растворимых в эфире

За вещества, не растворимые в эфире, принимают белки и механические загрязнения.

2.6.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Колба коническая К$_н$-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.

Воронки В-36—50 ХС, В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336

Фильтр обеззоленный диаметром 9 см с красной полосой.

Эфир этиловый по ТУ 7506804—97—90, высушенный над безводным сернокислым натрием.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40—150 °С с погрешностью ±5 °С.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

2.6.2. Проведение испытания

Навеску жира 5 или 10 г растворяют соответственно в 100 или 200 см^3 сухого этилового эфира. Раствор пропускают через фильтр, высушенный при температуре (103±2) °С о постоянной массы. Затем фильтр промывают многократно (5 раз по 10 см^3) эфиром и сушат до постоянной массы.

2.6.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, не растворимых в эфире, (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса стаканчика с фильтром и осадком, г;

m_2 — масса стаканчика с фильтром, г;

m — масса навески жира, г.

2.6.4. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0{,}95$. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

2.6.5. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0{,}95$ не должно превышать 25 % по отношению к среднеарифметическому значению.

2.6.6. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений доли веществ, не растворимых в эфире, одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,138 $\overline{X}$.

2.7. Определение температуры застывания жирных кислот (титр)

За температуру застывания жирных кислот принимают температуру, при которой происходит их переход из жидкого состояния в твердое.

2.7.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.

Фильтры обеззоленные диаметром 9 см с белой или синей полосой.

Колба коническая $К_н$-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые № 4 или № 5 по ГОСТ 9147.

Пробирки стеклянные П-1—16—150 ХС, П-1—21—200 ХС по ГОСТ 25336.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения 0—100 °С с допускаемой погрешностью измерения ±0,1 °С по ГОСТ 28498.

Банка стеклянная с широким горлом вместимостью 2 дм^3.

Баня водяная.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор 400 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., разбавленная водой (1:3).

Метиловый оранжевый по ТУ 6—09—6171, раствор 1 г/дм^3, готовят по ГОСТ 4919.1.

2.7.2. Проведение испытания

Навеску жира 50 г взвешивают в коническую колбу и приливают 40 см^3 раствора гидроокиси калия и 40 см^3 95 %-ного этилового спирта. Омыление жира проводят на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 1 ч. Полученное мыло растворяют в горячей воде. Для отгонки спирта раствор мыла сливают в фарфоровую чашку и нагревают на водяной бане до полного удаления запаха спирта.

Мыло разлагают разбавленной серной кислотой до тех пор, пока жирные кислоты не выделятся на поверхности в виде прозрачного слоя. Последний осторожно сливают в делительную воронку и промывают кипящей водой до нейтральной реакции промывных вод по метилоранжу.

Отделенный слой жирных кислот фильтруют через фильтр в пробирку. Уровень жирных кислот в пробирке равен 5—6 см. Пробирку закрывают пробкой с проходящим через нее термометром. Термометр устанавливают таким образом, чтобы заполненная ртутью часть его находилась приблизительно в середине массы жирных кислот.

Пробирку с помощью пробки устанавливают в широкогорлую стеклянную банку, которая служит для создания воздушной рубашки вокруг пробирки. Термометром помешивают расплавленные жирные кислоты до появления мути, после чего массе дают остыть без перемешивания и отмечают показания термометра.

2.7.3. Обработка результатов

За температуру застывания жирных кислот (титр) принимают температуру, при которой происходит задержка падения ртутного столбика термометра. Если в процессе наблюдения будет происходить не только задержка падения температуры, но и некоторое ее повышение, то за титр принимается максимальная температура, до которой идет подъем после падения.

2.7.4. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0{,}95$. Вычисление проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

2.7.5. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0{,}95$ не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению.

2.7.6. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерения температуры застывания жирных кислот одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,89 $\overline{X}$.

2.8. Определение температуры плавления

За температуру плавления жира принимают температуру, при которой жир приобретает подвижность.

2.8.1. Аппаратура

Капилляры диаметром около 1,5 мм, длиной 50—60 мм.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения 0—100 °С с допускаемой погрешностью измерения ±0,1 °С по ГОСТ 28498.

Стакан стеклянный В-1—400 по ГОСТ 25336.

Штатив металлический.

Мешалка стеклянная кольцевая диаметром 50 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.8.2. Проведение испытания

В капилляр набирают расплавленный, предварительно профильтрованный жир высотой столбика около 10 мм и оставляют в течение 1—2 ч на льду.

После охлаждения капилляр тонким резиновым кольцом прикрепляют к термометру так, чтобы столбик жира был на одном уровне с ртутным шариком термометра. Термометр с капилляром укрепляют на штативе и погружают в стакан с прокипяченной дистиллированной водой так, чтобы верхний конец столбика жира был на 2 см ниже уровня воды. Стакан должен быть снабжен мешалкой. Воду в стакане нагревают с таким расчетом, чтобы температура воды при периодическом помешивании не повышалась более чем на 2 °С в 1 мин в начале и не более 1 °С в 1 мин в конце определения (перед переходом жира в жидкое состояние).

За температуру плавления принимают показания термометра в момент начала подъема столбика жира.

2.8.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0{,}95$. Вычисление проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

2.8.4. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0{,}95$ не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению.

2.8.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений температуры плавления одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 1,29 $\overline{X}$.

2.9. Определение массовой доли неомыляемых веществ

За неомыляемые вещества принимают как входящие в состав жиров вещества, так и примеси к ним, не реагирующие с едкими щелочами в условиях, при которых происходит омыление. К неомыляемым веществам, встречающимся в животных топленых жирах, относятся стерины, витамины, пигменты и др.

2.9.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Колба коническая $К_н$-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40—150 °С с погрешностью ±5 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Испаритель роторный.

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

Насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., спиртовой раствор 2 моль/дм^3.

Эфир петролейный по ТУ 6—02—1244, с температурой кипения 45—55 °С.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, ч. д. а., спиртовой раствор 10 г/дм^3, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.9.2. Проведение испытания

Навеску жира 5 г омыляют при кипячении с 50 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия в течение 1 ч с обратным холодильником. Нагревание проводят на водяной бане. Затем прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды и если раствор будет мутным, то проводят вторичное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают и переносят в делительную воронку, колбу несколько раз ополаскивают петролейным эфиром (общий объем петролейного эфира — 50 см^3) и добавляют в ту же делительную воронку, затем сильно встряхивают в течение 1 мин, чтобы петролейный эфир хорошо смешался с раствором мыла. Смесь отстаивают до разделения ее на два слоя.

Мыльный раствор переводят в другую делительную воронку, встряхивают с 50 см^3 петролейного эфира и дают отстояться, затем отделяют мыльный раствор и в третий раз проводят экстрагирование 50 см^3 петролейного эфира.

Для того, чтобы избежать образования эмульсии при взбалтывании раствора мыла с петролейным эфиром, добавляют 5—10 см^3 спирта.

Соединенные эфирные вытяжки промывают слабощелочным 50 %-ным спиртом, затем для удаления остатков мыла повторно промывают 25 см^3 50 %-ного спирта (без щелочи) до тех пор, пока промывная жидкость (предварительно разбавленная двумя-тремя объемами воды) перестанет давать розовое окрашивание с фенолфталеином. Промытую эфирную вытяжку переносят в предварительно взвешенную колбу и отгоняют петролейный эфир на роторном испарителе с водоструйным насосом. Полученный остаток сушат в колбе при температуре (103±2) °С. Взвешивание проводят через 15 мин сушки до тех пор, пока разница двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0002 г.

2.9.3. Обработка результатов

Массовую долю неомыляемых веществ (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка после высушивания, г;

m — масса навески жира, г.

2.9.4. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не

должно превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$. Вычисление проводят до третьего десятичного знака и округляют до второго.

2.9.5. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0,95$ не должно превышать 25 % по отношению к среднеарифметическому значению.

2.9.6. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений доли неомыляемых веществ одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,046 $\overline{X}$.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ РАЗМЕРЫ И ФОРМЫ УСТРОЙСТВ ДЛЯ ОТБОРА ПРОБ

В зависимости от консистенции жира для отбора проб применяют различные формы и размеры устройств:

а) для жиров жидкой консистенции:

пробоотборник представляет собой трубку с внутренним диаметром 25 мм и длиной несколько большей высоты тары, в которой проводят отбор проб жира; нижний конец трубки ровно обрезан и имеет небольшое коническое расширение, снабженное деревянной конической пробкой высотой около 15 мм, прикрепленной к упругому металлическому пруту, диаметр которого около 6 мм, а длина больше длины трубки на 150—200 мм;

цилиндр с внутренним диаметром 60 мм, высотой 100 мм; к цилиндру с внешней стороны прикреплен прут из этого же металла длиною 1500 мм, диаметром около 5 мм; к цилиндру при помощи петли прикреплена крышка (пластинка); сверху к крышке прикреплен крючок или колечко со шнуром, при помощи которого открывается крышка;

б) для жиров мазеобразной консистенции:

щуп представляет собой трубку диаметром 25 мм и длиной 750 мм, имеющую прорезь длиной 715 мм и шириной 18 мм; кромки прорези округлены по всей длине щупа; нижний конец трубки заострен и заточен с внутренней стороны под углом 15°, на верхнем конце трубки прикреплена рукоятка;

в) для жиров твердой консистенции:

щуп, описанный в подгруппе б, с применением столярного коловорота, прикрепленного при помощи патрона с резьбой;

щуп представляет собой конусообразную трубку длиной 500 мм с прорезью по всей длине; нижний конец заострен, диаметр нижнего конца 20 мм, верхнего — 30 мм; сверху к трубке прикреплена массивная устойчивая рукоятка.

gost.e-ecolog.ru