МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

БЗ 4—98/745

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ВНИМИ) и Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (Протокол № 15—99 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 23 сентября 1999 г. № 308-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30648.3—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 октября 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ

Infant milk products.
Methods for determination of water and total solids content

Дата введения 2000—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды молочных продуктов для детского питания (жидкие, пастообразные, сухие) и устанавливает термогравиметрические методы измерения массовых долей влаги и сухих веществ.

Термогравиметрические методы основаны на изменении массы анализируемой пробы продукта под воздействием температуры.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2874—82* Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 25725—89 Инструменты медицинские. Термины и определения

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

3 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и подготовка их к измерениям — по ГОСТ 26809.

4 Метод определения массовой доли влаги и сухих веществ в сухих, жидких и пастообразных молочных продуктах высушиванием при температуре (102±2) °С

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения от 0 до 12 ед. pH ценой деления шкалы 0,05 ед. pH.

* На территории Российской Федерации действует СанПиН 2.1.4.559—96.

Издание официальное

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 200 °С ценой деления шкалы ±1 °С.

Часы по ГОСТ 27752 2-го класса точности.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного режима от 50 до 150 °С с погрешностью ±2 °С.

Баня водяная с обогревом, позволяющая поддерживать температуру от 0 до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Стаканчики СН-60/14 для взвешивания по ГОСТ 25336 или бюксы металлические того же размера.

Щипцы лабораторные по ГОСТ 25725.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой, х.ч., ч.д.а., по ГОСТ 4204 или с кальцием хлоридом обезвоженным по НД [1].

Бумага индикаторная по НД, обеспечивающая контроль активной кислотности в интервале pH от 5,0 до 8,0.

Сито лабораторное с диаметром отверстий 1,0—1,5 мм.

Палочки стеклянные оплавленные, не выступающие за края стаканчика для взвешивания (бюксы).

Песок речной.

Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, х.ч.

Вода питьевая по ГОСТ 2874.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

4.2 Подготовка к измерениям

Песок просеивают через сито и отмывают питьевой водой от взвешенных частиц. Затем песок полностью заливают раствором соляной кислоты объемной долей 50 %. Периодически песок помешивают стеклянной палочкой и отстаивают в течение 10 ч. Соляную кислоту сливают, песок промывают питьевой водой до достижения значения pH=7,0, затем дистиллированной водой, после чего высушивают и прокаливают. Хранят песок в банке с плотно закрытой пробкой.

4.3 Проведение измерений

4.3.1 Открытый стеклянный стаканчик для взвешивания (или металлическую бюксу) и помещенную рядом крышку высушивают в сушильном шкафу при (102±2) °С в течение 30—40 мин. Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

В подготовленный стаканчик (или бюксу) взвешивают (3,000±0,100) г сухого продукта.

Продукт распределяют по дну равномерным слоем постукиванием стаканчика (или бюксы).

Затем открытый стаканчик (или бюксу) с продуктом и рядом с ним крышку помещают в сушильный шкаф температурой (102±2) °С.

4.3.2 Стаканчик (или бюксу) с (23±2) г песка и стеклянной палочкой, не выступающей за его края, и отдельно крышку высушивают в сушильном шкафу при (102±2) °С в течение 30—40 мин. Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

В подготовленный стаканчик (или бюксу) вносят (10,000±0,100) г жидкого или (5,000±0,100) г пастообразного продукта, закрывают крышкой и взвешивают с палочкой, с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

Содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой и открытый стаканчик (или бюксу) нагревают на водяной бане при перемешивании до получения рассыпающейся массы. Затем открытый стаканчик (или бюксу) с палочкой и крышку помещают в сушильный шкаф температурой (102±2)°С.

4.3.3 Через 2,5 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

Каждое последующее высушивание проводят в течение 1 ч. Высушивание, охлаждение и взвешивание проводят до получения разницы между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,005 г.

Если при взвешивании после высушивания будет обнаружено увеличение массы, то для расчетов берут результаты предыдущего взвешивания.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 *Вычисление массовой доли влаги в сухих продуктах*

Массовую долю влаги X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m - m_2}, \quad (1)$$

где m — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой и анализируемой пробой продукта до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой с анализируемой пробой продукта после высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой, г.

4.4.2 *Вычисление массовых долей влаги и сухих веществ в жидких и пастообразных продуктах*

Массовую долю влаги X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 100}{m_3 - m_5}, \quad (2)$$

где m_3 — масса стаканчика (или бюксы) с песком, стеклянной палочкой, анализируемой пробой продукта и крышкой до высушивания, г;

m_4 — масса стаканчика (или бюксы) с песком, стеклянной палочкой, анализируемой пробой продукта и крышкой после высушивания, г;

m_5 — масса стаканчика (или бюксы) с песком, стеклянной палочкой и крышкой, г.

Массовую долю сухих веществ X_2, %, вычисляют по формуле:

$$X_2 = 100 - X_1. \quad (3)$$

4.4.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) массовой доли влаги и сухих веществ в процентах не должно превышать:

0,1 — для сухих молочных продуктов;

0,1 — для жидких молочных продуктов;

0,2 — для пастообразных продуктов.

4.4.4 Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) массовой доли влаги и сухих веществ не должна превышать 1,0 %.

4.4.5 Абсолютная погрешность измерения массовых долей влаги и сухих веществ — ±0,5 % при вероятности P =0,95.

5 Метод определения массовой доли влаги в сухих молочных продуктах высушиванием при температуре (100±2) °С в вакуум-сушильном шкафу

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 200 °С с ценой деления шкалы ±1 °С.

Часы по ГОСТ 27752 2-го класса точности.

Шкаф вакуум-сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима от 20 до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

Вакуум-насос, обеспечивающий остаточное давление 80 кПа.

Стаканчики СН-60/14 для взвешивания по ГОСТ 25336 или бюксы металлические того же размера.

Щипцы лабораторные по ГОСТ 25725.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204, х.ч., ч.д.а., или с кальцием хлоридом обезвоженным по НД [1].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2 Проведение измерений

Открытый стеклянный стаканчик (или металлическую бюксу) с помещенной рядом крышкой нагревают в вакуум-сушильном шкафу при (100±2) °С в течение 1 ч, после чего вынимают, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до (20±2) °С в течение 30 мин и взвешивают с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

В подготовленный стаканчик (или бюксу) взвешивают (1,200±0,100) г анализируемой пробы продукта, распределяя по дну равномерным слоем постукиванием стаканчика (или бюксы).

Открытый стаканчик (или бюксу) с продуктом и рядом с ним крышку помещают в вакуум-сушильный шкаф и выдерживают при (100±2) °С и давлении $(87,7—93,0)\times10^3$ Па не менее 6 ч. Затем стаканчик (или бюксу) вынимают, закрывают крышкой, помещают в эксикатор, охлаждают до (20±2) °С в течение 30 мин и взвешивают с отсчетом показания до третьего десятичного знака.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю влаги X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_6 - m_7) \cdot 100}{m_6 - m_8}, \qquad (4)$$

где m_6 — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой и анализируемой пробой продукта до высушивания, г;

m_7 — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой и анализируемой пробой продукта после высушивания, г;

m_8 — масса стаканчика (или бюксы) с крышкой, г.

5.3.2 За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) массовой доли влаги не должна превышать 0,1 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) массовой доли влаги не должна превышать 1,0 %.

Абсолютная погрешность измерений ±0,5 % при вероятности P =0,95.

6 Метод определения массовой доли влаги в сухих молочных продуктах с использованием влагомера ЛЭВСМ-1

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Лабораторный прибор для экспрессного измерения содержания влаги в сухих молочных продуктах ЛЭВСМ-1 по НД [2].

6.2 Подготовка к измерениям

Прибор готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Разность масс Δm холодной и нагретой чашек определяют по формуле

$$\Delta m = m_9 - m_{10}, \qquad (5)$$

где m_9 — масса холодной чашки, г;

m_{10} — масса нагретой чашки, указанная на чашке, г.

6.3 Проведение измерений

Взвешивают (5,00±0,10) г сухого продукта и ручкой делительного устройства шкалы устанавливают значение Δm, а затем ручкой устройства компенсации массы устанавливают первую цифру дробной части (на отсчетной шкале) на отметку «0».

Снимают чашку с весов и равномерно распределяют лопаткой пробу по всей чашке, затем переносят ее под излучатель. Устанавливают таймер на время сушки, равное 6 мин. По истечении времени сушки чашку переносят на весы и вращением ручки делительного устройства определяют значение дробной части шкалы весов.

6.4 Обработка результатов

Показание дробной части шкалы весов сравнивают с переводной шкалой, входящей в комплект прибора, и определяют соответствующее значение массовой доли влаги в продукте в процентах.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать 0,3 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) массовой доли влаги не должна превышать 1 %.

Абсолютная погрешность измерений — ±0,5 % при вероятности P=0,95.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—4711—81 Кальций хлорид обезвоженный (кальций хлористый), ч.

[2] ТУ 25—0519.054—85 Лабораторный прибор для экспрессного измерения содержания влаги в сухих молочных продуктах ЛЭВСМ-1

УДК 637.1.001.4:006.354 МКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: сухие, жидкие и пастообразные молочные продукты для детского питания, термогравиметрические методы, вакуум-сушильный шкаф, массовая доля, влагомер

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.09.99. Подписано в печать 20.10.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Тираж 000 экз. С3839. Зак. 877.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru