МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

ГОСТ 11812—66

Vegetable oils.
Methods for determination of moisture and volatile matters

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

gost.e-ecolog.ru

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:

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

Количество йода, вступившего в реакцию, определяют прямым титрованием.

2.2. Аппаратура, реактивы, материалы

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

Бюретка вместимостью 25 $см^3$.

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

Пипетки вместимостью 20 $см^3$.

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. Отбор проб 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 $см^3$. В колбу приливают 20 $см^3$ 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, $см^3$;

V_2 — объем раствора 2, пошедший на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

T — титр раствора 2, выраженный, г H_2O;

m — масса масла, г.

Если жир полностью не растворяется в растворе 1, к массе приливают вначале 10 $см^3$ безводного хлороформа, содержимое колбы перемешивают и затем приливают в нее 20 $см^3$ 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, 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 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).

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 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±2) °С в условиях, устанавливаемых настоящим стандартом, и выраженная как массовая доля в процентах.

4. Сущность

Нагревание анализируемой пробы при (103±2) °С 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*
Приготовляют 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±2) °С. 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±2) °С 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±2) °С.

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—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±2) °С. 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

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

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)

gost.e-ecolog.ru