

Изменение № 3 ГОСТ 11812—66 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2348

Дата введения 01.07.92

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункты 1.1, 2.2 изложить в новой редакции:

«1.1. Аппаратура

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 или СН-45/13, или СН-60/14 по ГОСТ 25336—82 или бюксы алюминиевые диаметром 50 мм и высотой 50 мм.

(Продолжение см. с. 196)

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

2.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Колбы конические Кн-1—250—19/26 ТС или Кн-1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 1—2—25—0,05 по ГОСТ 20292—74.

Колба КГУ-2—1—1000—29/32 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—1—20 или 3—1—20 по ГОСТ 20292—74.

Трубки ТХ-П-1—17 или ТХ-П-2—19 по ГОСТ 25336—82.

(Продолжение см. с. 197)

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—85, ч. д. а.».

Пункты 2.11, 2.12. Заменить слова: «реактив А» на «раствор 1», «реактив Б» на «раствор 2».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.13: «2.13. Допускается проводить испытание по ИСО 662—80 в соответствии с приложением».

Стандарт дополнить приложением

«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 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ в условиях, устанавливаемых настоящим стандартом, и выраженная как массовая доля в процентах.

4. Сущность

Нагревание анализируемой пробы при $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до полного удаления влаги и летучих веществ и определение потерь ее массы.

5. Метод А

5.1. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и аппаратура, указанная 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, градуированный в интервале $80-110^\circ\text{C}$, 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. Эсикатор, содержащий активный осушитель.

5.2. Методика определения

5.2.1. Подготовка испытуемого образца

Приготавливают испытуемый образец в соответствии с ГОСТ 5471—83.

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).

(Продолжение см. с. 198)

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

Приготавливают 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 равна 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

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

(Продолжение изменения к ГОСТ 11812—66)

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

(Продолжение см. с. 200)

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».

(ИУС № 5 1992 г.)