

ГОСТ 30305.1—95

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ
СГУЩЕННЫЕ**

**Методики выполнения измерений
массовой доли влаги**

Издание официальное



**Москва
Стандартинформ
2009**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности

Представлен Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8—95 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|--------------------------|---|
| Республика Беларусь | Белстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации |
| Туркменистан | Туркменглавинспекция |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 марта 1996 г. № 197 межгосударственный стандарт ГОСТ 30305.1—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с датой введения с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73 в части раздела 7

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2009 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1995
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ**Методики выполнения измерений
массовой доли влаги**

Evaporated and sweetened condensed dairy products.
The procedures of measurement of moisture content

Дата введения 1997—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные молочные консервы и устанавливает методики выполнения измерений массовой доли влаги высушиванием навески продукта:

- при температуре (102 ± 2) °С (арбитражная);
- нагреванием в парафине.

Методики основаны на методе высушивания навески исследуемого продукта при постоянной температуре до постоянной массы и установлении потери массы путем взвешивания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2874—82* Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3309—84 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. 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 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу
- ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
- СТ СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

3 Методы отбора проб

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

4 Методика выполнения измерений массовой доли влаги высушиванием при температуре (102 ± 2) °С (арбитражная)

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Шкаф сушильный электрический типа СЭШ-3М.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.

Термометры жидкостные с диапазоном измерения 0—100 °С и 0—200 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы настольные механические 2-го класса точности по ГОСТ 3309.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Стаканчики СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Цилиндр исполнения 1, вместимостью 5 см³ по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные оплавленные с двух концов, длиной 10—15 см.

Щипцы металлические лабораторные.

Бумага индикаторная универсальная для измерения рН с диапазоном измерения 6—8 ед. рН.

Песок речной, подготовленный по 4.2.2.

Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118; разбавленная водой в соотношении 1:1.

Кальций хлористый технический кальцинированный по ГОСТ 450, прокаленный (для эксикатора).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода питьевая по ГОСТ 2874.

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 выполнению измерений

4.2.1 Соляную кислоту разбавляют водой в соотношении 1:1.

4.2.2 Песок просеивают через сито с диаметром отверстий 1,5 мм, затем через сито с диаметром 1,0 мм. Берут ту часть, которая осталась на втором сите, промывают несколько раз питьевой водой до получения прозрачного слоя воды над песком. Воду сливают. Приливают соляную кислоту (1:1) до полного покрытия песка, перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на трое суток, перемешивая 2—3 раза в сутки. Сливают соляную кислоту, промывают песок питьевой водой до нейтральной реакции (контроль ведут по индикаторной бумажке), затем дистиллированной водой, после чего просушивают вначале на воздухе, затем в сушильном шкафу при температуре (160 ± 5) °С в течение 4 ч. Хранят песок в банке с плотно закрытой пробкой.

4.3 Проведение измерений

Проводят параллельно два измерения массовой доли влаги.

Открытый стаканчик с 20—25 г прокаленного песка, стеклянной палочкой и крышкой ставят в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение (30 ± 2) мин. Затем стаканчик выставляют из сушильного шкафа, переносят в эксикатор, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение (30 ± 2) мин и взвешивают с отсчетом результата до 0,001 г.

Песок сдвигают палочкой к одной стороне стаканчика. На поверхность стаканчика, свободную от песка, помещают 1,5—2,0 г сгущенных молочных консервов с сахаром или 2,5—3,0 г сгущенного стерилизованного молока. Закрывают стаканчик крышкой и взвешивают с отсчетом результата до 0,001 г. Наклоняют стаканчик, приливают к навеске цилиндром 5 см³ воды температурой 85—90 °С так, чтобы вода не смочила песок. Перемешивают вначале навеску с водой, затем навеску, разведенную водой, смешивают с песком.

Открытый стаканчик с содержимым ставят на (60 ± 5) мин на кипящую водяную баню для подсушивания. Смесь перемешивают стеклянной палочкой. При этом дно стаканчика должно нахо-

даться над паром. Когда большая часть влаги испарится и образуется разрыхленная масса, перемешивание прекращают. Палочка остается в стаканчике до конца измерения.

Открытый стаканчик с содержимым и крышку помещают в сушильный шкаф при температуре (102 ± 2) °С на 2 ч, при этом шарик установленного в шкафу термометра должен находиться на уровне стаканчика. По истечении 2 ч стаканчик вынимают из сушильного шкафа, переносят в эксикатор, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30—40 мин и взвешивают с отсчетом результата до 0,001 г.

Стаканчик с содержимым и крышку вторично помещают в сушильный шкаф, выдерживают в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают с отсчетом результата до 0,001 г. Если уменьшение в массе после второго высушивания не превышает 0,001 г, то высушивание заканчивается. Если уменьшение в массе превышает 0,001 г, стаканчик снова помещают в сушильный шкаф. Высушивание по 1 ч продолжается до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,001 г. Если при взвешивании после высушивания будет обнаружено увеличение массы, для расчета берут результат предыдущего взвешивания.

4.4 Обработка результатов измерений

4.4.1 Массовую долю влаги в продукте X в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса стаканчика с крышкой, песком, стеклянной палочкой и навеской продукта до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с крышкой, песком, стеклянной палочкой и навеской продукта после высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой, песком и стеклянной палочкой, г;

100 — коэффициент для пересчета граммов в проценты.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, вычисленное до второго десятичного знака и округленное до первого десятичного знака. Округление результата измерения проводят в соответствии с требованиями стандарта СТ СЭВ 543.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 0,1 %.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать 1,0 %.

Абсолютная погрешность измерения массовой доли влаги находится в интервале с границами $\pm 1,0$ % при вероятности $P = 0,95$.

В случае измерения показателя в двух лабораториях разными методиками расхождение между результатами не должно превышать суммы абсолютных значений интервала абсолютных погрешностей методик.

5 Методика выполнения измерений массовой доли влаги нагреванием в парафине

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стаканчики типа СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Штатив лабораторный.

Щипцы металлические лабораторные.

Палочки стеклянные оплавленные с двух концов длиной 10—15 см.

Зеркало.

Песок, приготовленный по 4.2.2.

Парафин по ГОСТ 23683.

Плитка металлическая или керамическая размером минимально 10 × 10 см.

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 Подготовка к выполнению измерений

5.2.1 В стаканчике взвешивают $(5,00 \pm 0,10)$ г парафина и нагревают его до обезвоживания. Окончание обезвоживания устанавливают по прекращению вспенивания расплавленного парафина. В расплавленный парафин добавляют $(8,00 \pm 0,10)$ г песка. Перемешивают компоненты стеклянной палочкой, которая остается в стаканчике до конца измерения, и охлаждают до комнатной температуры.

5.2.2 Закрепляют зеркало на лабораторном штативе на высоте около 5 мм над стаканчиком под углом около 45° .

5.3 Проведение измерений

Проводят параллельно два измерения.

Стаканчик с песком, парафином и стеклянной палочкой взвешивают с отсчетом результата до 0,01 г. Взвешивают там же $(5,00 \pm 0,01)$ г продукта. Берут стаканчик металлическими щипцами и нагревают над электроплиткой, поддерживая спокойное и равномерное кипение, не допуская разбрызгивания. Во время нагревания стаканчика содержимое перемешивают стеклянной палочкой.

Конец высушивания определяют по прекращению вспенивания и потрескивания массы, по ее побурению, отсутствию запотевания зеркала и по образованию рассыпчатой, отстающей от палочки крупки. После окончания высушивания стаканчик ставят на чистую металлическую или керамическую плитку для охлаждения в течение 3—5 мин и взвешивают с отсчетом результата до 0,01 г.

5.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю влаги в продукте X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса стаканчика с парафином, песком, стеклянной палочкой и навеской продукта до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с парафином, песком, стеклянной палочкой и навеской продукта после высушивания, г;

m — навеска продукта, г, равна 5;

100 — коэффициент для пересчета массовой доли в процентах $\left(\frac{\text{г} \cdot 100}{\text{г}}\right)$.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, вычисленное до второго десятичного знака и округленное до первого десятичного знака. Округление результата измерений проводят в соответствии с требованиями стандарта СТ СЭВ 543.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений массовой доли влаги не должно превышать 0,5 %.

Расхождение между результатами измерений массовой доли влаги, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать 2,0 %.

Абсолютная погрешность измерения массовой доли влаги находится в интервале с границами $\pm 1,0$ % при вероятности $P = 0,95$.

В случае измерения показателя в двух лабораториях разными методиками расхождение между результатами не должно превышать суммы абсолютных значений границ интервала абсолютных погрешностей методик.