

ГОСТ 29246—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

Методы определения влаги

Dry canned milk. Methods for
determination of moistureГОСТ
29246—91МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на сухие молочные и молокосодержащие* консервы и устанавливает термогравиметрические методы определения массовой доли влаги:

высушиванием пробы при температуре $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$;

высушиванием пробы при температуре $(125 \pm 2) ^\circ\text{C}$, на приборе Чижовой (ускоренные методы).

Термогравиметрические методы основаны на изменении массы пробы анализируемых продуктов под воздействием температуры.

(Поправка).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб сухих молочных и молокосодержащих* консервов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

(Поправка).

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ ВЫСУШИВАНИЕМ ПРОБЫ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Прибор лабораторный ЛЭВСМ-1 с комплектом устройств по ТУ 25—0519.054.

Шкаф сушильный электрический типа СЭШ-3М или другого аналогичного типа.

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

Термометр лабораторный ртутный с диапазоном измерения $0—200 ^\circ\text{C}$, с ценой деления шкалы $1,0 ^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204 плотностью 1840 кг/м^3 или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

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

Щипцы лабораторные по ГОСТ 25725.

Стаканчик СН-60/14 по ГОСТ 25336.

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

2.2. Определение массовой доли влаги с использованием сушильного шкафа

Метод применяется при возникновении разногласий.

* Действует только на территории Российской Федерации.

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

2.2.1. Подготовка к анализу

Стеклоанный стаканчик (бюксу) и крышку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение 30—40 мин. Затем стаканчик (бюксу) с крышкой вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г.

2.2.2. Проведение анализа

Во взвешенный стаканчик (бюксу) вносят 3—4 г продукта и немедленно взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г. Пробу распределяют равномерным слоем по дну постукиванием стаканчика (бюксы). Затем открытый стаканчик (бюксу) с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф температурой (102 ± 2) °С. Ртутный шарик термометра должен находиться на уровне стаканчика.

По истечении 2,5 ч стаканчик (бюксу) вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г.

Открытый стаканчик (бюксу) и крышку вторично помещают в сушильный шкаф, выдерживают в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г. Если уменьшение в массе после первого и второго высушивания не превышает 0,0005 г, то высушивание заканчивают. Если уменьшение в массе превышает 0,0005 г, стаканчик (бюксу) снова помещают в сушильный шкаф. Высушивание по 1 ч продолжают до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г. Если при взвешивании после высушивания будет обнаружено увеличение значения массы, то для расчетов берут результаты предыдущего взвешивания.

2.2.3. Обработка результатов

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 (бюксы) с крышкой и пробой анализируемого продукта до высушивания, г;

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

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

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,5$ % массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,06 % массовой доли влаги.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

2.3. Определение массовой доли влаги с использованием прибора ЛЭВСМ-1

2.3.1. Подготовка к анализу

Значение разности масс (Δm) холодной и нагретой чашек определяют по формуле

$$\Delta m = m_{х.ч} - m_{н.ч},$$

где $m_{х.ч}$ — масса холодной чашки, г;

$m_{н.ч}$ — масса нагретой чашки, указанная на дне чашки, г.

2.3.2. Проведение анализа

5,00 г сухого продукта помещают на чашку весов 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 пробу по всей чашке лопаткой, затем переносят ее под излучатель. Устанавливают таймер на выдержку времени сушки 6 мин. По истечении времени сушки подается звуковой сигнал. Выключив звонок, чашку быстро переносят на весы и вращением ручки делительного устройства определяют показание дробной части шкалы. Показания дробной части шкалы весов сравнивают с переводной шкалой, входящей в комплект прибора, и определяют соответствующее значение массовой доли влаги в продукте в процентах.

С. 3 ГОСТ 29246—91

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,5$ % массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,3 % массовой доли влаги.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результата вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

3. УСКОРЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ

3.1. Метод высушивания пробы при температуре (125 ± 2) °С

3.1.1. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Шкаф сушильный электрический типа СЭШ-3М или другого аналогичного типа.

Термометр лабораторный ртутный с диапазоном измерения 0—200 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204 плотностью 1840 кг/м³ или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Стаканчики СН-60/14 по ГОСТ 25336 или бюксы алюминиевые такого же размера.

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

Щипцы лабораторные по ГОСТ 25725.

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

3.1.2. Подготовка к анализу

Стекланный стаканчик (бюксу) и крышку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (125 ± 2) °С в течение 20 мин. После этого стаканчик (бюксу) с крышкой охлаждают в эксикаторе не менее 40 мин.

3.1.3. Проведение анализа

В стаканчик (бюксу) взвешивают 4—5 г сухих продуктов с отсчетом показаний до 0,005 г, распределяя продукт возможно ровнее по дну стаканчика.

Открытый стаканчик (бюксу) с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре (125 ± 2) °С. Сухое молоко и аналогичные продукты с массовой долей жира от 1 до 30 % высушивают в течение 25 мин, сухие сливки, сливки с наполнителями и аналогичные продукты с массовой долей жира более 30 % — 20 мин.

Затем закрывают стаканчик (бюксу) крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 15—20 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г.

3.1.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_0},$$

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

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

m_0 — масса пробы анализируемого продукта до высушивания, г.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,8$ % массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,3 % массовой доли влаги.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

3.2. Метод высушивания на приборе Чижовой

3.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Влагомер Чижовой.

Термометр лабораторный ртутный с диапазоном измерения 0—200 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой плотностью 1840 кг/м³ по ГОСТ 4204 или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Пергамент по ГОСТ 1341.

Бумага газетная по ГОСТ 6445.

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

3.2.2. Подготовка к анализу

Для определения массовой доли влаги с помощью влагомера Чижовой применяют пакеты из газетной бумаги размером 150 × 150 мм. Лист бумаги складывают по диагонали, загибают углы, а затем края, примерно на 15 мм. При определении влаги в высокожирных сухих продуктах бумажный пакет вкладывают в листок пергамента несколько большего размера, чем пакет, не загибая краев. Готовые пакеты высушивают в приборе в течение 3 мин при той же температуре, при которой следует высушивать анализируемый продукт, после этого охлаждают и хранят в эксикаторе. Вид бумажного пакета для различных продуктов указан в таблице.

3.2.3. Проведение анализа

Подготовленный пакет взвешивают, помещают в него 4,00 г сухих молочных или молочно-содержащих* консервов, распределяя пробу по возможности равномернее по внутренней поверхности пакета, и быстро взвешивают. Массу пустого пакета и пакета с пробой можно записать на бортике пакета.

Пакет с пробой закрывают, помещают во влагомер, нагретый до требуемой температуры и включенный на слабый нагрев, и выдерживают необходимое время. Температура и продолжительность выдержки для различных видов продуктов приведены в таблице. При рабочем состоянии прибора расхождение в температурах верхней и нижней пластин не должны превышать 5 °С. Одновременно можно высушить два пакета. Пакеты с высушенными пробами охлаждают в эксикаторе 3—5 мин и взвешивают.

Наименование продукта	Вид бумажного пакета	Масса пробы, г	Температура нагрева нижней плиты прибора, °С	Продолжительность нагрева, мин
Молоко сухое цельное	Однослойный, вложенный в пергамент	4,00	140—142	2
Смеси сухие для мороженого	То же	4,00	140—142	2
Молоко сухое обезжиренное	»	4,00	140—142	3
Сливки сухие	»	4,00	140—142	3
Сливки сухие высокожирные	Двухслойный, вложенный в пергамент	4,00	140—142	3

(Поправка).

3.2.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 25 \Delta m,$$

где Δm — разность значений масс пакета с пробой анализируемого продукта до и после высушивания, г;

25 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты, %/г.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет $\pm 0,8$ % массовой доли влаги при доверительной вероятности $P = 0,95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,2 % массовой доли влаги.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

* Действует только на территории Российской Федерации.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК по стандартизации 186 «Молоко и молочные продукты»**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2331**
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73, в части разд. 7 (методов определения массовой доли влаги в сухих молочных продуктах)**
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 450—77	2.1, 3.1.1, 3.2.1
ГОСТ 1341—97	3.2.1
ГОСТ 3309—84	2.1, 3.1.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1.1, 3.2.1
ГОСТ 6445—74	3.2.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1.1, 3.2.1
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.1.1, 3.2.1
ГОСТ 25725—89	2.1, 3.1.1
ГОСТ 26809—86	1
ГОСТ 28498—90	2.1, 3.1.1, 3.2.1
ТУ 25—0519.054—85	2.1

- 5. ИЗДАНИЕ (июль 2009 г.) с Поправкой* (ИУС 8—2009)**

* Действует только на территории Российской Федерации.