



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

**Методи визначання вологи
та сухої речовини**

ДСТУ 8552:2015

Відповідає офіційному тексту

**З питань придбання офіційного видання звертайтеся
до національного органу стандартизації
(ДП «УкрНДНЦ» <http://uas.org.ua>)**

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса НААН

РОЗРОБНИКИ: **С. Вербицький; Я. Жукова** (науковий керівник); **В. Загурський; Ц. Король**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: Наказ ДП «УкрНДНЦ» від 18 грудня 2015 р. № 194 з 2017–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 3626–73)

Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2016

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Суть методів	2
5 Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої, посуд, матеріали	2
6 Відбирання проб	4
7 Методика проведення випробування	4
7.1 Визначання масової частки сухої речовини і води у молоці-сировині, молоці пастеризованому, стерилізованому, пряженому, після ультрапастеризації, молочних продуктах: морозиві, сирах (твердих, напівтвердих, плавлених, м'яких, розсільних), кисломолочному сирі, сиркових виробів, молочних напоях та сумішах (далі — продуктах) висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$	4
7.2 Прискорений метод визначання масової частки сухої речовини і води у молоці пастеризованому, стерилізованому, пряженому, після ультрапастеризації, молочних напоях та сумішах (далі — продуктах)	5
7.3 Прискорений метод визначання масової частки сухої речовини і води в морозиві висушуванням наважки за температури $(180 \pm 2) ^\circ\text{C}$	5
7.4 Прискорені методи визначання масової частки води і сухої речовини в сирах (твердих, напівтвердих, плавлених, м'яких, розсільних), сирі кисломолочному і сиркових виробів (далі — продуктах)	6
7.4.1 Визначання масової частки води і сухої речовини на приладі Чижової	6
7.4.2 Визначання масової частки води і сухої речовини нагріванням і висушуванням у зневодненому топленим маслі або парафіні	7
7.5 Метод визначання масової частки води у вершковому маслі висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$	8
7.6 Метод визначання масової частки води у маслі без наповнювачів	8
7.7 Метод визначання масової частки води у маслі з наповнювачами	9
7.8 Метод визначання масової частки знежиреної сухої речовини у маслі без наповнювачів	10
7.9 Метод визначання масової частки сухого знежиреного залишку у вершковому маслі висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$	10
8 Контролювання похибки та якості результатів вимірювання	11
9 Оформлення результатів	12
10 Вимоги щодо безпеки	12
11 Вимоги щодо охорони довкілля	12

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО ТА МОЛОЧНІ ПРОДУКТИ

Методи визначання вологи та сухої речовини

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения влаги и сухого вещества

MILK AND DAIRY PRODUCTS

Methods for the moisture and dry material determination

Чинний від 2017-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює методи визначання масової частки вологи та сухої речовини у молоці та молочних продуктах.

Стандарт не поширюється на визначання масової частки вологи та сухої речовини в казеїні, молочних консервах, а також знежиреної сухої речовини в маслі з наповнювачами.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2212:2003 Молочна промисловість. Виробництво молока та кисломолочних продуктів.

Терміни та визначення понять

ДСТУ 4153-2003 Парафіни нафтові тверді. Технічні умови

ДСТУ 4399:2005 Масло вершкове. Технічні умови

ДСТУ 4834:2007 Молоко та молочні продукти. Правила приймання, відбирання та готування проб до контролювання

ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці (ГОСТ ИСО 5725-6-2003, IDT)

ДСТУ EN 14079:2009 Неактивні медичні засоби. Марля медична бавовняна та бавовняно-віскозна. Вимоги та методи випробування (EN 14079:2003, IDT)

ДСТУ EN 45501:2007 Прилади неавтоматичні зважувальні. Загальні технічні вимоги та методи випробування (EN 45501:1992, IDT)

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 12.1.009-76 ССБТ. Электробезопасность. Термины и определения (ССБП. Електробезпека. Терміни та визначення)

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности (ССБП. Вироби електротехнічні. Загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание (ССБП. Пожежна техніка для захисту об'єктів. Основні види. Розміщення та обслуговування)

ГОСТ 1341-97 Пергамент растительный. Технические условия (Пергамент рослинний. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляная. Технічні умови)

ГОСТ 3627–81 Молочные продукты. Методы определения хлористого натрия (Молочні продукти. Методи визначення хлориду натрію)

ГОСТ 6445–74 Бумага газетная. Технические условия (Папір газетний. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода дистильована. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд і обладнання лабораторні фарфорові. Технічні умови)

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия (Електроплити, електроплитки і жарильні електрошкафи побутові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 22300–76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия (Реактиви. Ефіри етиловий і бутиловий оцтової кислоти. Технічні умови)

ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия (Посуд і обладнання лабораторні скляні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри і розміри)

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой (Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою)

Державні санітарні норми та правила утримання територій населених місць

ДСанПіН 2.2.4-171-10 Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною

ДСН 3.3.6.042–99 Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень

СанПиН 4630–88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила і норми охорони поверхневих вод від забруднення).

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, вжиті в цьому стандарті, що установлені в ДСТУ 2212, та визначення позначених ними понять:

3.1 масова частка вологи

Співвідношення маси вологи до маси досліджуваної проби, у відсотках

3.2 масова частка сухої речовини

Співвідношення маси сухої речовини до маси досліджуваної проби, у відсотках.

4 СУТЬ МЕТОДІВ

Суть методів полягає у зважуванні наважки досліджуваної проби, висушуванні її за постійної температури, визначенні співвідношення маси наважки до та після висушування.

5 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНІ ПРИСТРОЇ, ПОСУД, МАТЕРІАЛИ

5.1 Засоби вимірювальної техніки

5.1.1 Ваги високого класу точності згідно з ДСТУ EN 45501.

5.2 Допоміжні пристрої

5.2.1 Прилад Чижової згідно з чинними нормативними документами;

5.2.2 Сушильна шафа, здатна підтримувати температуру від 100 °С до 200 °С, згідно з чинними нормативними документами. Термометр поверхневий/контактний з діапазоном температур від 0 °С до 200 °С;

5.2.3 Прилад для нагрівання згідно з чинними нормативними документами;

5.2.4 Піч муфельна згідно з чинними нормативними документами;

5.2.5 Плитка електрична згідно з ГОСТ 14919;

5.2.6 Мішалка механічна згідно з чинними нормативними документами;

5.2.7 Спиртівка згідно з чинними нормативними документами;

5.2.8 Насос водоструминний лабораторний скляний згідно з ГОСТ 25336, або інше обладнання, що задовольняє вимогам щодо стандарту;

5.2.9 Сито з вічками 1,5 мм згідно з чинними нормативними документами;

5.2.10 Сито з вічками 1,0 мм згідно з чинними нормативними документами;

5.2.11 Пластина металева згідно з чинними нормативними документами;

5.2.12 Лист металевий згідно з чинними нормативними документами;

5.2.13 Тримач металевий згідно з чинними нормативними документами;

5.2.14 Скло годинникове згідно з чинними нормативними документами;

5.2.15 Дзеркало згідно з чинними нормативними документами;

5.2.16 Бюкса скляна згідно з ГОСТ 23932, ГОСТ 25336.

5.2.17 Бюкси металеві згідно з чинним нормативним документом;

5.2.18 Склянки алюмінієві згідно з чинними нормативними документами;

5.2.19 Щипці для чашок згідно з чинними нормативними документами;

5.2.20 Ексикатор згідно з ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;

5.2.21 Чашки випарювальні 2; 3 згідно з ГОСТ 9147;

5.2.22 Фільтри скляні і вироби з фільтрами класу ПОР 250 або ПОР 160 згідно з ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;

5.2.23 Палички скляні згідно з чинними нормативними документами;

5.2.24 Чашки скляні лабораторні згідно з ГОСТ 23932, ГОСТ 25336.

5.3 Мірний посуд

5.3.1 Піпетки градуйовані, місткістю 10 см³, 1 і 2 класу точності, згідно з ГОСТ 29169 (ИСО 648);

5.3.2 Піпетки 1 і 2 класу точності, об'ємом 5 см³, згідно з ГОСТ 29169 (ИСО 648);

5.3.3 Піпетки 1 і 2 класу точності, об'ємом 1 см³, згідно з ГОСТ 29169 (ИСО 648).

5.4 Реактиви та матеріали

Реактиви визначеної аналітичної чистоти, якщо не зазначено інше.

5.4.1 Кислота соляна концентрована (HCl) згідно з ГОСТ 3118;

5.4.2 Ефір етиловий згідно з ГОСТ 22300;

5.4.3 Ефір петролейний ч.д.а. з температурою кипіння від 30 °С до 60 °С, висушений над зневодненим сульфатом натрію згідно з чинними нормативними документами;

5.4.4 Бензин-розчинник для гумової промисловості згідно з чинними нормативними документами;

5.4.5 Парафін нафтовий харчовий П-2 згідно з ДСТУ 4153;

5.4.6 Масло топлене згідно з ДСТУ 4399, зневоднене;

5.4.7 Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709;

5.4.8 Вода питна згідно з ДСанПіН 2.2.4-171;

5.4.9 Марля згідно ДСТУ EN 14079;

5.4.10 Папір газетний згідно ГОСТ 6445;

5.4.11 Папір фільтрувальний згідно з ГОСТ 12026;

5.4.12 Пергамент згідно ГОСТ 1341;

5.4.13 Пісок промитий і прожарений;

5.4.14 Папір індикаторний лакмусовий нейтральний згідно з чинними нормативними документами.

5.5 Дозволено застосовувати засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої з метрологічними та технічними характеристиками не нижче зазначених у цьому стандарті, які пройшли державні випробування і метрологічну атестацію в установленому порядку, а також посуд, матеріали та реактиви не гіршої якості.

6 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирають проби продуктів та готують їх до випробування згідно з ДСТУ 4834.

7 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

7.1 Визначання масової частки сухої речовини і води у молоці-сировині, молоці пастеризованому, стерилізованому, пряженому, після ультрапастеризації, молочних продуктах: морозиві, сирах (твердих, напівтвердих, плавлених, м'яких, розсільних), кисломолочному сиру, сиркових виробів, молочних напоях та сумішах (далі — продуктах) висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$

7.1.1 Готування до аналізування

Пісок (5.4.13) просівають крізь перше сито (5.2.9), потім крізь друге сито (5.2.10). Залишок з другого сита промивають питною водою (5.4.8).

Наливають соляну кислоту (5.4.1), щоб пісок був повністю покритий нею, перемішують товстою скляною паличкою (5.2.23), кип'ятять 30 хв або дають відстоятись протягом 10 год.

Після зливання соляної кислоти пісок промивають питною водою до нейтральної реакції (за лакмусовим папером (5.4.14)), потім промивають декілька разів дистильованою водою (5.4.7), висушують у сушильній шафі (5.2.2) за температури $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ і прожарюють у муфельній печі (5.2.4) або на електричній плитці (5.2.5) за температури $(500 \pm 25) ^\circ\text{C}$.

Зберігають пісок у щільно закритій місткості.

7.1.2 Аналізування

У бюксу (5.2.16) вносять від 20 г до 30 г піску, підготовленого згідно з 7.1.1. Разом зі скляною паличкою (5.2.23), що не виступає за краї бюкси, поміщають бюксу до сушильної шафи (5.2.2) і витримують за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ упродовж (30—40) хв. Бюксу виймають з шафи, закривають кришкою, охолоджують в ексікаторі протягом 40 хв і зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,001 г. До цієї бюкси піпеткою (5.3.1) вносять 10 см³ молока, молочного напою або молочної суміші, або від 5 г до 10 г морозива, або від 3 г до 5 г сиру, кисломолочного сиру, сиркових виробів, закривають кришкою і негайно зважують.

Вміст бюкси ретельно перемішують скляною паличкою. Відкриту бюксу нагрівають на водяній бані, часто перемішуючи вміст, до отримання розсипчастої маси. Відкриту бюксу та кришку поміщають до сушильної шафи за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Після 2 год висушування бюксу виймають з шафи, закривають кришкою, охолоджують в ексікаторі протягом 40 хв і зважують.

Подальші зважування проводять після висушування впродовж 1 год, через кожні 15 хв, доки розбіжності між двома послідовними зважуваннями не перевищуватимуть 0,001 г. Якщо під час одного із зважувань після висушування буде збільшення маси, для розрахунків беруть результати попереднього зважування.

7.1.3 Опрацювання результатів

Масову частку сухої речовини (C) в продуктах, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0}, \quad (1)$$

де m_0 — маса бюкси з піском і скляною паличкою, г;

m — маса бюкси з піском, скляною паличкою і наважкою досліджуваної проби до висушування, г;

m_1 — маса бюкси з піском, скляною паличкою і наважкою досліджуваної проби після висушування, г;

100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,1 % — для молока; 0,2 % — для морозива, сирів, кисломолочного сиру і сиркових виробів. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

Масову частку води (W) в продуктах, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = 100 - C \quad (2)$$

де C — масова частка сухої речовини, %;

100 — маса досліджуваної проби, у відсотках.

Масову частку сухої знежиреної речовини (C_0) в продуктах, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C_0 = C - a \quad (3)$$

де C — масова частка сухої речовини, %;

a — масова частка жиру, %.

7.2 Прискорений метод визначання масової частки сухої речовини і води у молоці-сировині, молоці пастеризованому, стерилізованому, пряженому, після ультрапастеризації, молочних напоях та сумішах (далі — продуктах)

7.2.1 Готування до аналізування

На дно металеві бюкси (5.2.17) кладуть два шари марлі (5.4.9), вирізані за діаметром дна, висушують у сушильній шафі (5.2.2) з відкритою кришкою за температури $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ упродовж (20—30) хв, закривають кришкою, охолоджують за кімнатної температури в ексікаторі (5.2.20) протягом (20—30) хв та зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,001 г.

7.2.2 Аналізування

У підготовлену бюксу піпеткою (5.3.2) вносять 3 см³ досліджуваної проби, рівномірно розподіляючи її по поверхні марлі, закривають кришкою та зважують. Відкриту бюксу і кришку поміщають до сушильної шафи (5.2.2) за температури $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ на 60 хв, після цього бюксу закривають, охолоджують і зважують.

Висушують і зважують через кожні (20—30) хв, доки різниця в масі між двома послідовними зважуваннями буде не більше ніж 0,001 г.

Сухий залишок на поверхні марлі повинен мати рівномірний світло-жовтий колір.

7.2.3 Опрацювання результатів

Масову частку сухої речовини в продуктах за прискореним методом визначають згідно з 7.1.3 за формулою (1); масову частку води — за формулою (2); масову частку сухої знежиреної речовини — за формулою (3).

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,2 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.3 Прискорений метод визначання масової частки сухої речовини і води в морозиві висушуванням наважки за температури $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$

7.3.1 Готування до аналізування

Металеву бюксу (5.2.17) висушують у сушильній шафі (5.2.2) з відкритою кришкою за температури $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ (20—30) хв і, закривши кришкою, охолоджують в ексікаторі (5.2.20) упродовж (20—30) хв, потім зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,01 г.

7.3.2 Аналізування

У підготовлену бюксу (5.2.17) зважують 1 г морозива і додають піпеткою (5.3.3) 1 см³ дистильованої води (5.4.7).

Легким похитуванням бюкси її вміст перемішують до отримання однорідної маси і рівномірного її розподілу по дну. Потім бюксу з наважкою ставлять на прилад для нагрівання (5.2.3), накритий металевією пластиною (5.2.11), температура поверхні якої становить $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Вміст бюкси випарюють за інтенсивного кипіння до легкого пожовтіння залишку, який стає схожим на пористу масу, потім бюксу поміщають до сушильної шафи (5.2.2) за температури $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Через 10 хв бюксу виймають з шафи, закривають кришкою, охолоджують в ексікаторі (5.2.20) та зважують.

Висушують і зважують до отримання різниці в масі між двома послідовними зважуваннями не більше ніж 0,01 г.

7.3.3 Опрацювання результатів

Масову частку сухої речовини у морозиві обчислюють згідно з 7.1.3 за формулою (1); масову частку води — за формулою (2).

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,5 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.4 Прискорені методи визначання масової частки води і сухої речовини в сирах (твердих, напівтвердих, плавлених, м'яких, розсільних), сирі кисломолочному і сиркових виробих (далі — продуктах)

7.4.1 Визначання масової частки води і сухої речовини за допомогою приладу Чижової

7.4.1.1 Готування до аналізування

Для визначання масової частки води в продуктах пакети (одно- або двошарові) із газетного паперу (5.4.10), розміром 150 мм × 150 мм, складають по діагоналі, загинають кути і краї приблизно на 15 мм.

7.4.1.2 Аналізування

Для визначання масової частки води в продуктах пакет вкладають не загинаючи країв у пергамент (5.4.12) трохи більшого розміру, ніж пакет. Готові пакети висушують за відповідної температури (таблиця 1) у приладі (5.2.1) упродовж 3 хв, після цього їх охолоджують і зберігають в ексікаторі (5.2.20).

Підготовлений пакет зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,01 г, зважують 5 г досліджуваної проби і розподіляють її рівномірно по всій поверхні пакету.

Пакет з наважкою закривають, поміщають у прилад (рисунок 1) (5.2.1) між плитами, нагрітими до необхідної температури і витримують упродовж зазначеного терміну (таблиця 1).

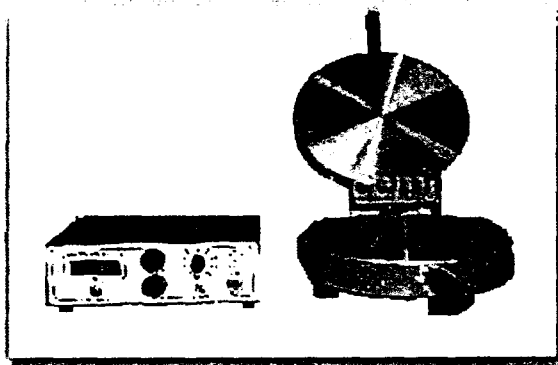


Рисунок 1 — Прилад Чижової для вимірювання води

Таблиця 1 — Характеристика досліджуваних проб

Продукт	Маса проби, г	Температура нагрівання нижньої плити приладу, °C	Час витримки, хв
Сир м'який, розсільний кисломолочний та сирні вироби	5	150—152	5
Сир після пресування	5	160—162	6
Сир зрілий	5	150—155	7
Сир плавлений	5	160—162	8

Одночасно можна висушувати два пакети. Під час висушування продуктів з відносно високою масовою часткою води, таких як кисломолочний сир та сиркові вироби, на початку сушіння (для запобігання розриву пакета) верхню плиту приладу піднімають на висоту від 3 см до 5 см і підтримують у такому положенні до закінчення інтенсивного виділення пари, що звичайно триває

від 30 с до 50 с. Потім плиту опускають і продовжують висушувати упродовж часу, встановленого для цього продукту.

Пакети з висушеними дослідними пробами охолоджують у ексикаторі (5.2.20) від 3 хв до 5 хв і зважують.

7.4.1.3 Опрацювання результатів

Масову частку вологи (W) в продуктах за допомогою приладу Чижової, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{5}, \quad (4)$$

де m — маса пакета з наважкою до висушування, г;
 m_1 — маса пакета з наважкою після висушування, г;
 5 — наважка досліджуваної проби, г;
 100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,5 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

Масову частку сухої речовини (C) обчислюють за формулою:

$$C = 100 - W \quad (5)$$

де W — масова частка вологи, %;
 100 — маса досліджуваної проби, у відсотках.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,5 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.4.2 Визначання масової частки вологи і сухої речовини нагріванням і висушуванням у зневодненому топленому маслі або парафіні

7.4.2.1 Готування до аналізування

У суху алюмінієву склянку (5.2.18) (без кришки) кладуть кружок пергаменту (5.4.12) так, щоб він закривав дно склянки та 0,5 см нижньої частини стінок. Зважують у склянці на вагах (5.1.1) від 5 г до 8 г зневодненого топленого масла (5.4.6) або парафіну (5.4.5) і 5 г досліджуваної проби з похибкою не більше ніж 0,01 г.

7.4.2.2 Аналізування

За допомогою спеціального металевого тримача (5.2.13) або щипців (5.2.19) алюмінієву склянку обережно, особливо спочатку, нагрівають, підтримуючи спокійне рівномірне кипіння, не допускаючи спінювання та розбризкування. Нагрівають до припинення запотівання холодного дзеркала або годинникового скла, яке утримують над склянкою.

Ознакою кінцевого періоду випаровування води є припинення спінювання і тріску та поява незначного бурого забарвлення. Після висушування склянку охолоджують на чистому гладкому металевому листі (5.2.12) та зважують.

7.4.2.3 Опрацювання результатів

Масову частку вологи (W) в продуктах за допомогою нагрівання і висушування у зневодненому топленому маслі або парафіні, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m_0}, \quad (6)$$

де m_0 — маса алюмінієвої склянки із зневодненим топленим маслом або парафіном і пергаментом, г;
 m — маса алюмінієвої склянки із зневодненим топленим маслом або парафіном, пергаментом і наважкою досліджуваної проби до нагрівання, г;
 m_1 — маса алюмінієвої склянки із зневодненим топленим маслом або парафіном, пергаментом і наважкою досліджуваної проби після видалення вологи, г;
 100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Масову частку сухої речовини (C) в продуктах за допомогою нагрівання і висушування у зневодненому топленому маслі або парафіні, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C = 100 - W \quad (7)$$

де W — масова частка води, %;

100 — маса досліджуваної проби, у відсотках.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,5 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.5 Метод визначання масової частки води у вершковому маслі висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$

Метод застосовують у разі виникнення розбіжностей в оцінці якості продукту (арбітражний).

7.5.1 Готування до аналізування

7.5.1.1 Пісок (5.4.13) просівають крізь перше сито (5.2.9), потім крізь друге сито (5.2.10). Залишок з другого сита промивають питною водою (5.4.8).

Наливають соляну кислоту (5.4.1), щоб пісок був повністю покритий нею, перемішують товстою скляною паличкою (5.2.23), кип'ятять 30 хв або дають відстоятись протягом 10 год.

Після зливання соляної кислоти пісок промивають питною водою до нейтральної реакції (за лакмусовим папером (5.4.14)), потім промивають декілька разів дистильованою водою (5.4.7), висушують у сушильній шафі (5.2.2) за температури $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ і прожарюють у муфельній печі (5.2.4) або на електричній плитці (5.2.5) за температури $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$.

Зберігають пісок у щільно закритій місткості.

7.5.1.2 Пробу нагрівають за температури $(28 \pm 2)^\circ\text{C}$, перемішують механічною мішалкою (5.2.6) або вручну до гомогенного стану. Потім охолоджують до кімнатної температури (близько 20°C), постійно перемішуючи.

7.5.2 Аналізування

У чашку (5.2.21) вносять від 12 г до 30 г піску, підготовленого згідно з 7.5.1. Чашку з піском і скляною паличкою (5.2.23) сушать у сушильній шафі (5.2.2) за температури $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 1 год, охолоджують в ексікаторі (5.2.20) до кімнатної температури (приблизно 20°C) і зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,001 г.

У чашку (5.2.21) зважують від 5 г до 10 г вершкового масла, ретельно перемішують з піском. Ставлять чашку до сушильної шафи (5.2.2) і сушать за температури $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ не менше ніж 2 год.

Вміст чашки охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури (приблизно 20°C) і зважують.

Подальші зважування проводять після висушування протягом 1 год, доки розбіжності між двома послідовними зважуваннями не перевищуватимуть 0,001 г.

Якщо після повторного висушування маса збільшиться, для розрахунків беруть результати попереднього зважування.

7.5.3 Опрацювання результатів

Масову частку води (W) у вершковому маслі, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m_0}, \quad (8)$$

де m_0 — маса чашки з піском і скляною паличкою, г;

m_1 — маса чашки з піском, скляною паличкою і вершковим маслом до висушування, г;

m_2 — маса чашки з піском, скляною паличкою і вершковим маслом після висушування, г;

100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,1 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.6 Метод визначання масової частки води у маслі без наповнювачів

7.6.1 Готування до аналізування

У суху алюмінієву склянку (5.2.18) зважують на вагах (5.1.1) 5 г або 10 г досліджуваного топленого або вершкового масла з похибкою не більше ніж 0,01 г.

7.6.2 Аналізування

За допомогою спеціального металевого тримача (5.2.13) або щипців (5.2.19) алюмінієву склянку (5.2.18) обережно, особливо спочатку, нагрівають, підтримуючи спокійне рівномірне кипіння, не допускаючи спінювання та розбризкування. Продовжують нагрівати до припинення запотівання холодного дзеркала (5.2.15) або годинникового скла (5.2.14), утримуваного над склянкою.

Ознакою закінчення періоду випаровування води є припинення спінювання і тріску та поява незначного бурого забарвлення. Після висушування алюмінієву склянку (5.2.18) охолоджують на чистому, гладкому металевому листі (5.2.13) та зважують.

7.6.3 Опрацювання результатів

Масову частку вологи (W) у маслі без наповнювачів, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_0}, \quad (9)$$

де m_0 — наважка досліджуваної проби, г

m — маса алюмінієвої склянки з наважкою досліджуваної проби до нагрівання, г;

m_1 — маса алюмінієвої склянки з наважкою досліджуваної проби після видалення вологи, г;

100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,1 % — для топленого масла; 0,2 % — для вершкового масла. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.7 Метод визначання масової частки вологи у маслі з наповнювачами

7.7.1 Готування до аналізування

Алюмінієву склянку (5.2.18) з трьома паперовими роликами на дні (фільтрувальний папір (5.4.11) розрізають на смужки завширшки (7–8) мм і довжиною 620 мм та згортають кожну смужку за допомогою палички у вигляді ролика, який не повинен бути дуже тугим) поміщають у сушильну шафу (5.2.2) за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Через 1 год склянку виймають, охолоджують в ексикаторі (5.2.20), зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,01 г і зважують в ній з такою самою похибкою 10 г вершкового масла з наповнювачами.

7.7.2 Аналізування

За допомогою металевого тримача (5.2.13) або щипців (5.2.20) алюмінієву склянку (5.2.18) з маслом обережно, особливо спочатку, нагрівають, підтримуючи спокійне рівномірне кипіння, не допускаючи спінювання та розбризкування. Продовжують нагрівати до припинення запотівання холодного дзеркала (5.2.15) або годинникового скла (5.2.14), утримуваного над склянкою.

Ознакою закінчення випаровування води є припинення утворення бульбашок на роликах. Після висушування алюмінієву склянку (5.2.18) охолоджують на чистому гладкому металевому листі (5.2.12) та зважують.

7.7.3 Опрацювання результатів

Масову частку вологи (W) у маслі з наповнювачами, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$W = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{10}, \quad (10)$$

де m — маса алюмінієвої склянки з паперовими роликами і наважкою досліджуваної проби до нагрівання, г;

m_1 — маса алюмінієвої склянки з паперовими роликами і наважкою досліджуваної проби після видалення вологи, г;

10 — наважка досліджуваної проби, г;

100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,2 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.8 Метод визначання масової частки знежиреної сухої речовини у маслі без наповнювачів

7.8.1 Аналізування

Масову частку знежиреної сухої речовини в маслі визначають після визначання в ньому масової частки вологи.

В алюмінієву склянку (5.2.18) вкладають скляну паличку і зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,01 г. У склянку поміщають наважку досліджуваної проби: 10 г вершкового масла або 20 г топленого масла. Масову частку вологи визначають згідно з 7.6.

Після визначання масової частки вологи залишок в алюмінієвій склянці (5.2.18) нагрівають до розплавлення жиру, доливають 50 см³ бензину-розчинника (5.4.4), етилового ефіру (5.4.2) або петролейного ефіру (5.4.3). Суміш ретельно перемішують скляною паличкою (5.2.23) і залишають на (3—5) хв для утворення осаду. Частки, що плавають на поверхні розчинника і не осаджуються на дно, вказують на неповне випаровування вологи. У такому випадку випробування повторюють.

Після відстоювання осаду жировий розчин обережно зливають, залишаючи у склянці (1—2) см³ жирового розчину. Оброблюють осад розчинником тричі.

Залишок у склянці нагрівають на слабкому полум'ї спиртівки (5.2.6) або на електроплитці (5.2.5) до повного видалення бензину. Повне видалення розчинника визначають за розсипчастістю залишку під час перемішування його скляною паличкою (5.2.23).

Склянку з залишком охолоджують до кімнатної температури та зважують.

7.8.2 Опрацювання результатів

Масову частку сухої знежиреної речовини (C_0) у маслі без наповнювачів, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C_0 = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0}, \quad (11)$$

де m_0 — маса склянки із скляною паличкою, г;

m — маса склянки із скляною паличкою і наважкою масла, г;

m_1 — маса склянки із знежиреною сухою речовиною після видалення жирового розчину, г;

100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Масову частку сухої знежиреної речовини (C_{01}) солоного масла, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C_{01} = C_0 - b \quad (12)$$

де C_0 — масова частка сухої знежиреної речовини солоного масла (разом із сіллю), %;

b — масова частка солі, %, визначена згідно з ГОСТ 3627.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,2 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

7.9 Метод визначання масової частки сухого знежиреного залишку у вершковому маслі висушуванням наважки за температури $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$

Метод застосовують у разі виникнення розбіжностей під час оцінки якості продукту (арбітражний).

7.9.1 Готування до аналізування

Пробу нагрівають за температури $(28 \pm 2)^\circ\text{C}$, перемішують механічною мішалкою (5.2.6) або вручну до гомогенного стану. Потім охолоджують до кімнатної температури (близько 20°C), постійно перемішуючи.

7.9.2 Аналізування

Чашку (5.2.24) і скляний фільтр (5.2.22) висушують у сушильній шафі (5.2.2) за температури $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 1 год, охолоджують у ексікаторі (5.2.20) до кімнатної температури (приблизно 20°C) і зважують на вагах (5.1.1) з похибкою не більше ніж 0,0001 г.

В охолоджену чашку зважують 10 г досліджуваної проби.

Обережно нагрівають чашку, розтоплюючи масло. Продовжують нагрівати, доки проба припинить пінитись, не допускаючи при цьому перегрівання.

Чашку з пробою охолоджують в ексікаторі (5.2.20) до кімнатної температури (приблизно 20°C).

Додають від 20 см³ до 25 см³ петролейного ефіру (5.4.3) і розчиняють жир легким перемішуванням. Переливають розчин і осад в скляний фільтр (5.2.22) і фільтрують за допомогою водоструминного насоса (5.2.8).

Обробляють чашки петролейним ефіром і переливають розчин і осад в скляний фільтр п'ять разів. Чашку і скляний фільтр висушують 2 год у сушильній шафі (5.2.2) за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ та зважують.

Висушують, охолоджують і зважують через кожні 30 хв до отримання постійної маси (різниця між двома послідовними зважуваннями має бути не більше ніж 0,001 г).

7.9.3 Опрацювання результатів

Масову частку сухого знежиреного залишку (C) у вершковому маслі, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$C = \frac{(m_2 - m_1) + (m_4 - m_3)}{m} \cdot 100, \quad (13)$$

де m — маса наважки масла, г;
 m_1 — маса скляного фільтра, г;
 m_2 — маса скляного фільтра з осадом, г;
 m_3 — маса чашки, г;
 m_4 — маса чашки з осадом, г;
 100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки.

Різниця між двома паралельними результатами випробувань має бути не більше ніж 0,1 %. За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних вимірювань.

8 КОНТРОЛЮВАННЯ ПОХИБКИ ТА ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

8.1 Нормативи оперативного контролю

Значення нормативів оперативного контролю характеристик похибки під час визначання масової частки вологи та сухої речовини наведено в таблиці 2.

Таблиця 2 — Нормативи оперативного контролю

Назва продукту	Нормативи контролю	
	збіжності, r , % ($P = 0,95$, $n = 2$)	відтворюваності, R , % ($P = 0,95$, $m = 2$)
Молоко	0,1	0,5
Молоко; молочні напої та суміші (прискорений метод)	0,2	1
Морозиво; сири (тверді, напівтверді, плавлені, м'які, розсільні); кисломолочний сир; сиркові вироби; молочні напої та суміші	0,2	1
Морозиво; сири (тверді, напівтверді, плавлені, м'які, розсільні); кисломолочний сир; сиркові вироби (прискорені методи)	0,5	1,5
Вершкове масло (висушування наважки за температури $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$)	0,1	0,5
Вершкове масло	0,2	1
Топлене масло без наповнювачів	0,1	0,5

8.2 Контролювання збіжності результатів вимірювань

Контролюють збіжність результатів вимірювань масової частки вологи або сухої речовини (два паралельних вимірювання, $n = 2$) з урахуванням вимог ДСТУ ГОСТ ІСО 5725–6.

Результати вимірювань вважають задовільними, якщо виконується умова:

$$|C_1 - C_2| \leq r \quad (14)$$

$$|W_1 - W_2| \leq r \quad (15)$$

де C_1, C_2 — значення двох паралельних вимірювань масової частки сухої речовини, отриманих в умовах збіжності;

W_1, W_2 — значення двох паралельних вимірювань масової частки вологи, отриманих в умовах збіжності;

r — межа збіжності, значення якої наведено у таблиці 2.

Якщо зазначений норматив перевищено, то повторно вимірюють та перевіряють результати в умовах збіжності відповідно до ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6.

У разі повторного перевищення нормативу з'ясовують причини, що призвели до незадовільного результату аналізування.

8.3 Контролювання відтворюваності результатів вимірювань

Контролюють відтворюваність результатів вимірювань масової частки вологи або сухої речовини (в двох лабораторіях, $m = 2$) з урахуванням вимог ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6.

Результати вимірювань, отримані в умовах відтворюваності, вважають задовільними, якщо виконується умова:

$$|C'_1 - C'_2| \leq R, \quad (16)$$

$$|W'_1 - W'_2| \leq R, \quad (17)$$

де C'_1, C'_2 — значення вимірювань масової частки сухої речовини, отриманих у двох лабораторіях, в умовах відтворюваності;

W'_1, W'_2 — значення вимірювань масової частки вологи, отриманих у двох лабораторіях, в умовах відтворюваності;

R — межа відтворюваності, значення якої наведено у таблиці 2.

Якщо зазначений норматив перевищено, то повторно вимірюють та перевіряють результати в умовах відтворюваності відповідно до ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6.

У разі повторного перевищення нормативу з'ясовують причини, що призвели до незадовільного результату аналізування.

9 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

У протоколі випробування зазначають:

- дату та час відбирання проб;
- інформацію щодо ідентифікування проби;
- позначення і назву стандарту, згідно з яким відбирали проби;
- позначення і назву стандарту, за яким виконували випробування;
- усі подробиці щодо проведення випробування, не визначені у цьому стандарті, а також опис чинників, які є важливими і могли вплинути на результат випробування;
- одержані результати вимірювань та їх збіжність;
- якщо було проведено перевіряння відтворюваності, остаточно визначений результат.

10 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

10.1 Мікроклімат приміщень, де проводять випробування, має відповідати загальним санітарно-гігієнічним нормам ДСН 3.3.6.042.

10.2 Вимоги до повітря робочої зони — згідно з ГОСТ 12.1.005.

10.3 Електробезпека — згідно з ГОСТ 12.1.009 та ГОСТ 12.2.007.0.

10.4 Пожежна безпека — згідно з ГОСТ 12.1.004 та ГОСТ 12.4.009.

11 ВИМОГИ ЩОДО ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

11.1 Шкідливі викиди в атмосферу контролюють згідно з вимогами чинних нормативних документів.

11.2 Стічні води повинні підлягати очищенню і відповідати вимогам СанПіН 4630.

11.3. Охорону ґрунту від забруднення побутовими та промисловими відходами потрібно здійснювати відповідно до Державних санітарних норм та правил утримання територій населених місць.

Код УКНД 67.100.10

Ключові слова: кисломолочний сир; масло вершкове; масова частка вологи, сухої речовини; молоко; морозиво; напої кисломолочні; сир.

Редактор О. Рождественська
Верстальник Г. Жирякова

Підписано до друку 23.08.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. 1735 Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647