

ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ

(пищевые)

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

Месяц 2 руб. 40 коп.

СТАНДАРТГИЗ — 1947

С.С.Р.	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 976—41
Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркоме СССР	МАРГАРИН И ЖИРЫ КУХОННЫЕ Методы испытаний	Взамен ОСТ НКПП 8482/244 в части методов испытаний Пищевая про- мышленность Н61

I. Отбор и приготовление средней пробы

1. Маргарин. Пробы отбираются чистым сухим с неповрежденной никелировкой щупом, погружением последнего во всю его длину. Для химического анализа с полученного на щупе столбика маргарина срезается с помощью чистого сухого шпателя неохватываемая стенками щупа часть столбика маргарина по всей длине. Срезанные части помещают в стеклянную или металлическую плотно закрывающуюся посуду емкостью 500—1000 мл (из металлической посуды маргарин перед расплавлением полностью переносят в стеклянную банку с плотно пригнанной пробкой). Банку с отобранными пробами помещают в воду с температурой 45—50° С. Во избежание расслоения маргарин в процессе расплавления необходимо часто (через 1—2 мин.) энергично взбалтывать, вынимая на это время банку из воды. По расплавлению маргарина банку вынимают из воды и продолжают энергично взбалтывать до начала загустевания смеси. Из застывшего маргарина отбирают навески для производства анализов.

2. Жиры кухонные (твердые). Пробы отбираются чистым сухим с неповрежденной никелировкой щупом, погружением последнего во всю его длину. Для химического анализа с полученного на щупе столбика жира срезается с помощью чистого сухого шпателя неохватываемая стенками щупа часть столбика жира по всей длине.

Срезанные части помещают в стеклянную или металлическую, плотно закрывающуюся посуду емкостью 500—1000 мл. Перед расплавлением жир полностью переносят в стеклянную банку. Банку с отобранными пробами нагревают на водяной бане или в терmostате при температуре 55—60° С. После расплавления жир тщательно перемешивают, охлаждают и берут навески для производства анализов.

3. Жиры кухонные (жидкие). Пробы жиров кухонных, транспортируемых в жидком состоянии, отбираются из трех слоев — верхнего, среднего и нижнего — из автоцистерны или бака, предназначенного к наливу автоцистерны.

Внесен Народным комиссариатом пищевой промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 14/VII 1941 г.	Срок введения 1/X 1941 г.
---	--	------------------------------

Из взятой пробы после тщательного смешивания берутся навески для химического анализа.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4. Вкус, запах и консистенцию маргарина и жиров кухонных определяют в каждом контрольном месте отдельно, в пробе, взятой щупом, по всей длине столбика.

5. Цвет маргарина и жиров кухонных определяют в каждом контрольном месте отдельно, в пробе, взятой щупом, после среза выступающей части столбика.

Цвет жиров, транспортируемых в жидкком состоянии, определяют в застывшем жире в фарфоровой чашке, наполненной жиром до краев.

6. Определение прозрачности жиров кухонных. В чистую сухую пробирку (диаметром 1,5 см и высотой 20—25 см) из прозрачного бесцветного стекла наливают предварительно расплавленный жир (с температурой не ниже 55—60° С) и рассматривают в проходящем и отраженном свете на белом экране.

При наличии в жире пузырьков воздуха (каждущаяся муть) пробирку оставляют на 2—3 мин., после чего определяют прозрачность жира.

7. Определение влаги в маргарине

а) В сушильном шкафу (арбитражный метод). Чистый бюкс (диаметром 5—6 см) с помещенными в него: стеклянной палочкой (длиной 5—7 см) и 1—2 г порошка пемзы или 10—12 г прокаленного кварцевого песка сушат в сушильном шкафу при 102—105° С в течение 30 мин. и после охлаждения в эксикаторе взвешивают.

В подготовленный таким образом бюкс берут навеску маргарина 5—6 г на аналитических весах. Бюкс с навеской маргарина помещают в сушильный шкаф с температурой 102—105° С. После расплавления маргарина, последний перемешивают с находящейся в бюксе пемзой (или песком). Навеску маргарина в бюксе сушат при температуре 102—105° С в течение часа, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующие взвешивания производят через каждые 30 мин. высушивания.

Постоянный вес считают достигнутым, если разница между двумя последующими взвешиваниями — не более 0,002 г.

Общее время высушивания маргарина не должно превышать 3 чаc.

Содержание влаги в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{c},$$

где:

- a* — вес бюкса с маргарином до высушивания в г,
- b* — вес бюкса с маргарином после высушивания в г,
- c* — навеска маргарина в г.

Результатом испытания считается среднее двух определений, выраженное в % при условии, что расхождение между последними не превышает 0,3.

б) *На электрической плитке*. Чистый сухой металлический стаканчик (диаметром 4—5 см и высотой 4—6 см), закрытый кружком фильтровальной бумаги, взвешивают с точностью до 0,01 г. Затем в этот стаканчик берут навеску маргарина 5—6 г и нагревают его на электрической плитке. По окончании потрескивания в стаканчике снимают кружок фильтровальной бумаги и наблюдают за появлением первых следов дыма в виде голубоватой короткой струйки, хорошо видимой в пучке света на темном фоне.

Наблюдение проводят при ярком солнечном освещении или при освещении верха стаканчика пучком света, получаемым от электролампы с помощью цилиндрического рефлектора.

Немедленно по появлении первых следов дыма стаканчик снимают с плитки, охлаждают и взвешивают с кружком фильтровальной бумаги.

Содержание влаги вычисляют в процентах по формуле, приведенной в п. 7а.

8. Определение влаги в жирах кухонных

а) *В сушильном шкафу (арбитражный метод)*. Чистый бюкс (диаметром около 6 см) сушат в сушильном шкафу при температуре 102—105° С в течение 30 мин. и после охлаждения в экскикаторе взвешивают.

В подготовленный таким образом бюкс берут навеску жира около 10 г на аналитических весах.

Бюкс с навеской жира помещают в сушильный шкаф на 45 мин. при температуре 102—105° С, после чего охлаждают в экскикаторе и взвешивают.

Последующие взвешивания производят через каждые 20 мин. высушивания.

Постоянный вес считают достигнутым, если разница между двумя последующими взвешиваниями — не более 0,002 г.

Общее время высушивания жира не должно превышать 2,5 час.

Содержание влаги в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 7а.

Результатом испытания считается среднее двух определений, выраженное в % при условии, что расхождение между последними не превышает 0,1.

б) *На электрической плитке.* Навеску жира кухонного берут около 10 г, в остальном поступают так же, как и с маргарином (см. п. 7б), исключая применение кружка фильтровальной бумаги.

9. *Определение температуры плавления.* Навеску маргарина или жира кухонного, в которой определялась влага быстрым методом (или специально обезвоженную высушиванием), расплавляют в чистом сухом сосуде и набирают в два стеклянных капилляра (длиной 5—6 см, внутренним диаметром 0,8—2,0 мм и толщиной стенок 0,1—0,4 мм) в количестве, образующем столбики жира высотой около 1 см. Набор в капилляры осуществляют прикосновением одного из концов капилляра к поверхности жира, расплавленного при температуре не выше 50°C. Капилляры с набранными в них столбиками жира оставляют на час при температуре не выше 10°C, или на 15 мин. при температуре не выше 0°C для застывания. Затем с помощью резинового кольца прикрепляют капилляры к термометру с делениями 0,1°C так, чтобы столбики жира находились на уровне ртутного резервуара, а сами капилляры занимали бы вертикальное положение.

Термометр с прикрепленными к нему капиллярами погружают в стакан с водой на глубину 3,5—4,0 см, следя за тем, чтобы нижние основания столбиков жира находились на одинаковой глубине относительно друг друга.

Воду в стакане подогревают при непрерывном перемешивании, причем скорость нагрева не должна превышать 1,5—2°C в мин., а за 3—4° С до предполагаемой температуры плавления должна быть уменьшена до 0,5—0,7°C в мин.

Температурой плавления считают показание термометра в момент начала подъема столбика жира в капилляре. Результатом является среднее арифметическое из двух определений, разница между которыми не превышает 0,3°C.

10. *Определение кислотного числа*

а) *Маргарин.* В колбу Эрленмейера емкостью 250 мл отвещивают с точностью до 0,01 г около 5 г отфильтрованного маргарина. Последний расплавляют, опуская колбу в теплую воду (40—45°C), растворяют в 25—35 мл предварительно нейтрализованной смеси 95 %-ного спирта и этилового эфира в соотношении 1 : 1 или 1 : 2. Раствор должен быть прозрачным, в противном случае колбу с содержимым вновь опускают в теплую воду до получения прозрачного раствора.

Добавляют в колбу 3—4 капли 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н водным раствором едкой щелочи (КОН, NaOH) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

При помутнении раствора в процессе титрования прозрачность восстанавливают опусканием колбы с раствором в теплую воду или добавлением 8—10 мл вышеуказанной смеси спирта и эфира, с последующим подогреванием колбы с раствором в теплой воде.

Кислотное число (Y) вычисляют по формуле:

$$Y = \frac{5,61 \cdot a}{b},$$

где:

a — количество израсходованного раствора едкой щелочи в пересчете на точно 0,1 н раствор в мл,

b — навеска жира в г.

б) Жиры кулинарные. Определение кислотного числа жиров кулинарных аналогично описанному выше для маргарина, исключая предварительное фильтрование пробы.

11. Определение поваренной соли в маргарине. В колбу емкостью 250 мл отвешивают около 5 г маргарина с точностью до 0,01 г и приливают 50 мл дистиллированной воды, нагретой до температуры 50—60° С. По расплавлению маргарина содержимое колбы энергично взбалтывают и фильтруют через влажный фильтр.

Отбирают пипеткой 10 мл фильтрата в колбу Эрленмейера емкостью 100—250 мл, прибавляют 2—3 капли 10 %-ного водного раствора хромокислого калия (K_2CrO_4) и титруют 0,1 н раствором азотокислого серебра ($AgNO_3$) до появления кирпично-красного окрашивания.

Содержание поваренной соли в процентах (Z) вычисляют по формуле:

$$Z = \frac{2,92 \cdot a}{b},$$

где:

a — количество израсходованного раствора азотокислого серебра ($AgNO_3$) в пересчете на точно 0,1 н раствор в мл,

b — навеска маргарина в г.

12. Определение жира. Застывшую навеску маргарина, в которой до этого определялась влага высушиванием до постоянного веса, количественно (вместе с пемзой или песком) переносят в экстракционный патрон из фильтровальной бумаги, на дно которого вложен кусочек ваты; патрон помещают в экстрактор аппарата Сокслета.

Остатки маргарина (в стаканчике, на палочке и т. д.) переводят в патрон с помощью пинцета и кусочков ваты. Последние присоединяют к содержимому патрона, после чего верхние края патрона заворачивают так, чтобы закрыть находящиеся внутри маргарин и вату.

Патрон приготавливают из прямоугольного куска фильтровальной бумаги, который навертывают на деревянную цилиндрическую болванку; по мере свертывания свободный край бумаги подворачивают складками для образования донышка патрона. Бумагу берут таких размеров, чтобы стенки патрона получились двойными, а диаметр болванки его был бы несколько меньше внутреннего диаметра экстрактора.

К экстрактору присоединяют чистую, предварительно высушеннную в течение 1 часа при температуре 100—105° С и взвешенную после охлаждения колбу. Через холодильник, при помощи маленькой воронки наливают в экстрактор этиловый эфир. Последнего приливают столько, чтобы общее его количество приблизительно в полтора раза превышало емкость экстрактора от дна его до верхнего колена сифона.

Колбу собранного прибора греют на водяной бане с электрическим или паровым обогревом в условиях, обеспечивающих равномерное, не слишком бурное кипение эфира.

Через 3 часа, а затем, в случае необходимости, через каждый час проверяют полноту экстракции, для чего, охладив колбу, отъединяют ее на мгновение от остальной части прибора и снимают на фильтровальную бумажку или часовое стекло каплю экстракта, стекающего из нижнего сифона. Экстракция считается оконченной, если по испарении эфира из капли экстракта, нанесенной на фильтровальную бумагу (часовое стекло), не осталось следов жира.

По окончании экстракции отъединяют колбу от прибора и отгоняют растворитель на водяной бане.

Колбу с жиром помешают в сушильный шкаф на один час с температурой 102—105° С, после чего охлаждают и взвешивают. Последующие взвешивания производят через каждые 20 мин. Постоянный вес считают достигнутым, если разница между двумя последующими взвешиваниями не более 0,005 г.

Содержание жира в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a — вес жира в колбе в г,

b — навеска маргарина, взятая для определения влаги, в г.

На заводе-изготовителе допускается вычисление содержания жира в маргарине по формуле:

$$\% \text{ жира} = 100 - (\% \text{ влаги} + \% \text{ соли} + 0,8 \% \text{ крахмала} + + 0,05 \% \text{ молока} + 0,45 \% \text{ яичного желтка});$$

% влаги и соли — по данным лаборатории,

остальные величины — по данным производства.

13. Качественная проба на никель. В колбу 500 мл отвешивают 50 г продукта на техно-химических весах, добавляют 50 мл соляной кислоты (уд. в. 1,12) и при частом (через каждые 3—4 мин.) или при непрерывном механическом взвешивании нагревают смесь на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Содержимое колбы переводят в делительную воронку, отстоявшийся кислый слой сливают в фарфоровую чашку. Содержимое последней после добавления 3—5 капель концентрированной азотной кислоты выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток озолят в тигельной печи до серого цвета, охлаждают и растворяют в 10 мл дистиллированной воды. После прибавления 1 мл 10 %-ного раствора аммиака содержимое чашки фильтруют в пробирку. К полученному фильтрату прибавляют 0,5 мл 1 %-ного спиртового раствора диметилглиоксимиа $[\text{CH}_3\text{C}(\text{NOH})\text{C}(\text{NOH})\text{CH}_3]$.

Следы никеля обнаруживаются слабым покраснением раствора, появляющимся в течение 20 мин. после добавления диметилглиоксимиа.

Наблюдение за изменением окраски ведут через весь столб жидкости в пробирке на фоне белой поверхности.

14. Качественная проба на крахмал. Приблизительно 5 г маргарина и 5 мл дистиллированной воды в пробирке кипятят в течение 1 мин. После охлаждения и застыивания маргарина сливают большую часть водной вытяжки в другую пробирку, куда прибавляют 2—3 капли 1 %-ного раствора йода в 10 %-ном растворе иодистого калия.

Появление фиолетовой окраски указывает на присутствие крахмала.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

ОСТ НКММП 5 Методы испытаний жиров топленых (пищевых и технических)	1
ГОСТ 1288—41 Жиры животные топленые пищевые	9
ОСТ НКПП 453 Жиры олео-ойль (говяжий) и шам-ойль (бараний)	17
ГОСТ 976—41 Маргарин и жиры кухонные. Методы испытаний	22
ГОСТ 240—41 Маргарин	29
ГОСТ 465—41 Жиры кухонные	39

Л52208 Стандартгиз Подп. к печ. 9/IX 1947 г. 3 п. л. Тир. 5000 экз.

Тип. «Московский печатник». Зак. 1484