

ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ

(пищевые)

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

Мета 2 руб. 40 коп.

СТАНДАРТГИЗ — 1947

С. С. С. Р. Народный комиссариат мясной и молочной промышленности	ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ Издание официальное МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ЖИРОВ ТОПЛЕНЫХ (пищевых и технических)	ОСТ НКИМП 5 Взамен ОСТ 2332 Мясная промыш- ленность
---	--	---

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТА

В сухую, чистую, из совершенно прозрачного стекла пробирку диаметром 1,5—2 см наливают расплавленный исследуемый жир, дают ему приобрести первоначальную консистенцию в холодной воде или на льду в течение 1—2 час. или хранят в темноте 12—24 час. в возможно более прохладном месте, после чего производят определение цвета при отраженном дневном свете при температуре 15—20°C.

П р и м е ч а н и е. Определение цвета пищевого говяжьего жира допускается непосредственно во взятой пробе, если она находится в сосуде из бесцветного стекла и приобрела консистенцию застывшего жира.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАПАХА И ВКУСА

Определение запаха и вкуса производится при комнатной температуре (15—20°C) из стакана при перемешивании жира чистой стеклянной палочкой.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЗРАЧНОСТИ

В чистый, сухой цилиндр или широкую пробирку из прозрачного и бесцветного стекла наливают около 100 см³ расплавленного на водяной бане нефильтрованного жира и рассматривают в проходящем дневном свете.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСИСТЕНЦИИ

Консистенция определяется при комнатной температуре (15—20°C) надавливанием на жир шпателем.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ

В чистую, сухую трубочку с тонкими стенками диаметром 1,4—1,5 мм набирают расплавленный, предварительно профильтрованный жир высотой около 2 см и оставляют в тече-

Внесен Главмясом	Утвержден 4/V 1939 г.	Срок введения 1/VI 1939 г.
------------------	--------------------------	-------------------------------

ние 1—2 час. на льду или в холодной проточной воде (трубочку в последнем случае прикрепляют к широкой корковой пробке с помощью резинового кольца таким образом, чтобы конец трубки без жира был выше поверхности воды).

После охлаждения трубочку обрезают, оставляя в ней столбик жира высотой 0,5 см.

После этого трубочку с застывшим жиром с помощью тонкого резинового кольца прикрепляют к термометру с делениями на $1/5$ — $1/10$ части градуса таким образом, чтобы столбик жира был на одном уровне с резервуаром термометра.

Термометр с капилляром на пробке помещается в широкую пробирку.

Пробирка в свою очередь при помощи штатива укрепляется в стакане с водой так, чтобы уровень воды в стакане был выше верхнего края капилляра.

Стакан должен быть снабжен мешалкой. Воду в стакане нагревают на маленьком огне или на электрической плитке с таким расчетом, чтобы температура в стакане при периодическом помешивании не повышалась более чем на 2° в минуту и не более 1° в минуту в конце.

Наблюдение ведется на темном фоне, для чего за стаканом устанавливается пластиинка, окрашенная в черный цвет или оклеенная черной бумагой. Показание термометра в тот момент, когда жир в трубке станет совершенно прозрачным, отмечают и считают за точку плавления жира.

В сомнительных случаях для сравнения пользуются другой пробой того же жира, нагретой до температуры выше точки плавления и совершенно при этом прозрачной.

Определение производят два раза и результатом считают средне-арифметическое двух испытаний.

Последние не должны отличаться одно от другого более чем на $0,3^{\circ}\text{C}$.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ

В чистый, сухой весовой стаканчик диаметром 35—40 мм, высотой около 40 мм, с стеклянной палочкой такой длины, чтобы она только не мешала закрыть стаканчик крышкой, всыпают 5—6 г чистого прокаленного песка и высушивают до постоянного веса.

Во взвешенный стаканчик вносят 2—3 г жира и содержимое стаканчика тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Навеску жира высушивают в сушильном шкафу при тем-

пературе 102—105°C в течение 1 часа и по охлаждении в эксикаторе взвешивают. После взвешивания стаканчик вновь помещают в сушильный шкаф при вышеуказанной температуре, производя взвешивание через каждые $1/2$ часа. Если последующий вес не изменяется или больше предыдущего, то принимают наименьший вес стакана с веществом и высушивание заканчивают.

Если же вес стаканчика продолжает уменьшаться, то производят дальнейшее высушивание жира. Более 3 час. высушивание не производят.

Расчет содержания влаги производится по формуле:

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

где:

a—вес стаканчика с жиром до высушивания,

c » » » » после последнего высушивания,

b—навеска жира.

7. Определение кислотного числа (количество миллиграмм едкого калия, идущих на нейтрализацию свободных жирных кислот, находящихся в 1 г жира).

К отвешенным в колбе 5 г расплавленного жира прибавляют 50 cm^3 нейтральной смеси (2:1) этилового (серного) эфира и 96°-ного этилового спирта, содержащей 3—5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина в 96°-ном спирте, и взбалтывают содержимое колбы. Если при этом жир не растворяется, его слегка нагревают на водяной бане при взбалтывании и по растворению охлаждают приблизительно до комнатной температуры. Полученный раствор при постоянном взбалтывании быстро титруют 0,1 н водным раствором едкого натрия до первого появления равномерного неисчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания. Если при титровании жидкость мутнеет, в колбу добавляют 5—10 cm^3 спирта и эфира и взбалтывают до просветления содержимого колбы. Если оно не достигается, колбу слегка нагревают на водяной бане до просветления, охлаждают до комнатной температуры и продолжают титрование.

Кислотное число вычисляется путем умножения израсходованного количества кубических сантиметров рабочего деци нормального раствора едкого натрия или калия на коэффициент

поправки его и на 5,65 (титр децинормального раствора едкого калия в миллиграмммах) и деления на взятую при титровании навеску жира.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЕЩЕСТВ, НЕ РАСТВОРИМЫХ В ЭФИРЕ

10 г жира растворяют в 200 см³ этилового (серного) сухого эфира и фильтруют через высушенный при 105°C до постоянного веса фильтр, после чего фильтр промывают много-кратно эфиром и сушат его до постоянного веса.

Разница между конечным и первоначальным весом фильтра дает содержание нерастворимого в эфире остатка в на-веске жира.

Вычисление производится по формуле:

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

где:

a—вес стаканчика с фильтром и осадком,

c—вес стаканчика с фильтром,

b — навеска жира.

9. Определение титра (точка застывания жирных кислот)

50 г жира омылиают при нагревании 40 мл 40%-ного рас-твора едкого калия (уд. вес 1,41) в присутствии 40 мл 96%-ного спирта.

Полученное мыло растворяют в горячей воде и для от-гонки спирта нагревают в фарфоровой чашке до полного удаления запаха спирта.

Затем мыло разлагают разбавленной серной кислотой (1 : 3) до полного осветления слоя жирных кислот. Кислую воду спускают сифоном и 2—3 раза промывают жирные кислоты кипящей водой.

Отделенный слой жирных кислот фильтруют через сухой фильтр и переливают в пробирку диаметром 3,5 см и длиной 16 см, которую укрепляют в горле двухлитровой материаль-ной банки.

Пробирку закрывают пробкой, через которую проходит термометр с делением до 0,1°, установленный таким образом, чтобы заполненная ртутью часть его находилась приблизи-тельно в середине массы жирных кислот.

Этим термометром помешивают расплавленные жирные кислоты до появления муты, после чего массе дают остывать и отмечают показания термометра. Температурой застывания (титром) считается максимальная температура, до которой подымается ртуть, если после ее понижения будет вновь некоторое повышение температуры.

10. Определение числа омыления (количество миллиграмм едкого калия, необходимое на нейтрализацию всех свободных и связанных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира).

В колбе из резистентного стекла, соединенной с обратным холодильником и глубоко опущенной в сильно кипящую водяную баню, в течение не менее одного часа кипятят при взвалтывании с несколькими кусочками пемзы смесь из 2 г жира и 25 см³ 0,5 н раствора едкого калия в 96°-ном спирте.

Полученный прозрачный (еще не остывший) мыльный раствор по добавлении к нему 0,5 см³ 1%-ного раствора фенолфталеина в спирте немедленно титруют 0,5 н раствором соляной кислоты до появления желтой окраски. Подобным же образом производят и контрольный опыт без жира.

Расчет производится по формуле:

$$x = \frac{28,055 (a-b)}{c},$$

где:

x—число омыления,

a—количество 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованной при контрольном опыте.

b—количество 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованной при основном опыте,

c—навеска жира

11. Определение иодного числа (количество граммов иода, вступающих в соединение с 100 г жира).

В колбе с притертой пробкой емкостью в 500 см³ отвешивают около 0,8 г профильтрованного жира, приливают для его растворения 15 см³ хлороформа и добавляют 30 см³ смеси Гюбля. Колбу закрывают пробкой и смачивают последнюю раствором иодистого калия.

Осторожно взвалтывая, содержимое колбы тщательно перемешивают; смесь после этого должна быть прозрачной,

в противном случае добавляют некоторое количество хлороформа. Колбу оставляют в темном месте при температуре 15—20°C. Если по истечении получаса произойдет сильное обесцвечивание, то прибавляют в колбу еще такое же количество смеси Гюбля, при котором раствор принимает первоначальную темнокоричневую окраску. Для установления количества иода в смеси Гюбля одновременно с первой колбой ставят при тех же условиях вторую колбу с 15 см³ хлороформа в 30 см³ смеси Гюбля. Если в первую колбу добавили хлороформ и смесь Гюбля, то такое же количество их добавляют во вторую колбу.

По истечении не менее 4 час. прибавляют к первой колбе 15 см³ 20%-ного раствора иодистого калия и 100 см³ воды и титруют при постоянном взвалтывании 1/10 н раствором серноватистокислого натрия до появления светло-желтой окраски. Затем приливают 1 см³ N%-ного раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения голубовато-фиолетового окрашивания.

Таким же образом титруют содержимое второй колбы.

Расчет производится по формуле:

$$\frac{0,01269 (a - c) \cdot 100}{b} = x,$$

где:

x—иодное число,

a—количество 1/10 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованного при контрольном опыте.

c—количество 1/10 н раствора серноватистокислого натрия, израсходованного при основном опыте,

b—навеска жира.

П р и м е ч а н и я:

1. Смесь Гюбля: 25 г иода растворяют в 500 мл 95%-ного этилового спирта; 30 г двуххлористой ртути растворяют в 500 мл 95%-ного этилового спирта. Оба раствора хранят в отдельных склянках, смешивают в равных объемах за 24—48 час. до начала определения иодного числа.

2. Хлороформ должен оставаться бесцветным после взвалтывания его с иодистым калием.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА И СВИНЦА

Определение олова и свинца производится в жире, если он расфасован в металлическую луженую тару.

Проба для анализа

Жир в металлической таре перед взятием пробы для анализа выдерживается при низкой плюсовой температуре.

В начале освобождают от металлической тары жир с одной стороны и из последней отбирают с поверхности слой жира толщиной 0,5 см. Затем металлическая тара разрезается по ребрам и освобождается от жира с остальных сторон.

От каждой стороны, как и в первом случае, отбирается с поверхности слой толщиной 0,5 см. В случае прилипания кусочков жира к развернутой таре они осторожно (чтобы не задеть полуды) снимаются деревянной лопаточкой и присоединяются к общей пробе. Снятые слои жира собирают в стакан, расплавляют и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Из отобранный пробы берут навески для определения олова и свинца.

Определение свинца

В отвешенные в большом фарфоровом тигле 50 г жира погружают свернутый из безольной бумаги фитиль, который затем зажигают.

Сгорание жира регулируют так, чтобы содержимое тигля сгорало спокойно. Полученный после сжигания остаток доозоляют при темнокрасном калении тигля. Дальнейший ход анализа проводится согласно ОСТу на методы испытания консервов.

Определение олова

В стакане емкостью около 400 мл навеску жира в 40 г нагревают на сетке с 100 мл соляной кислоты (уд. вес 1,06).

В начале нагревания, когда жир расплавится, в стакан вносят 0,2 г зерненного алюминия или алюминиевой пыли.

Слабое кипение содержимого стакана поддерживается, пока алюминий не растворится. В процессе нагревания содержимое стакана перемешивается стеклянной палочкой.

После нагревания, когда жир затвердел, солянокислую жидкость фильтруют в эrlenmeyerовскую колбу емкостью на 500 мл. Оставшийся жир в стакане промывают 20 мл воды и промывные воды также переносят на фильтр.

Эrlenmeyerовскую колбу закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями. Через одно из отверстий вставляют узкую трубку, доходящую почти до самого дна колбы, а в дру-

гое—короткую газоотводную трубку. Внутри колбы вторая трубка должна оканчиваться на несколько сантиметров ниже пробки.

К находящемуся в колбе раствору прибавляют 0,5 г зерненного алюминия или алюминиевой пыли и пропускают через узкую, опущенную до дна колбы трубку ток углекислоты. После 5—10 мин. колбу нагревают на сетке настолько, чтобы выделение водорода продолжалось спокойно и жидкость не кипела. Если весь алюминий растворился, а выделившееся в виде губчатой массы олово осталось нерастворенным, колбу нагревают в течение 5 мин. до кипения. Когда все олово растворится, горелку отставляют и усиливают ток углекислоты. Когда содержимое колбы остынет, ток углекислоты прекращают и в колбу при помощи пипетки вводят 25 мл 0,02 н раствора иода, приподнимая для этого немного пробку.

Во время прибавления иода колбу осторожно взбалтывают. Промыв трубку дистиллированной водой, в колбу прибавляют 200 мл воды и титруют непрореагированное количество иода 0,02 н раствором гипосульфита.

Для выведения в расчёт поправки на реактивы проводят параллельно с анализом холостой опыт, т. е. без жира, с теми же количествами реактивов, т. е. 100 мл соляной кислоты (уд. вес. 1,06) и 0,7 г алюминия.

Количество олова в миллиграммах на 1 г близлежащих слоев к луженой таре жира вычисляется по формуле:

$$x = \frac{1,23 (a - c) \cdot 1000}{b},$$

где:

x — количество олова в миллиграммах,

a — количество миллилитров 0,02 н раствора гипосульфита, израсходованного на холостой опыт,

c — количество миллилитров 0,02 н раствора гипосульфита, израсходованного при основном опыте.

b — навеска жира.

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-оиль (говяжий) и шам-оиль (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

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

Страница	Строка	Следует читать
5	14-я строка сверху	в 90°-ном спирте
33	8-я . . . снизу	а) высший сорт—не менее 92. в том числе по вкусу и запаху
33	15-я	а) вкус и запах . . . 50 баллов

Сб. стандартов „Жиры животные“

Зак. 1484