

ГОСТ 28879-90
(ИСО 939-80)

Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЯНОСТИ И ПРИПРАВЫ

Определение влаги методом отгонки

Spices and condiments.
Determination of moisture by distillation method

МКС 67.220.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 1991-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом СССР по управлению качеством продукции и стандартам, Всесоюзным научно-производственным объединением пищевых концентратной промышленности и специальной пищевой технологии

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 N 3714

3. Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 939-80 "Пряности и приправы. Определение содержания влаги методом отгонки" и полностью ему соответствует

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Обозначение международного стандарта	Номер пункта, раздела

ГОСТ 28875-90		Разд.2; 8.2
ГОСТ 28876-90	ИСО 948-80	Разд.2, 7

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий стандарт применим для большинства пряностей и приправ. Вследствие разнообразия таких продуктов может возникнуть необходимость модифицировать метод или выбрать более подходящий.

Такие модификации или другие методы указывают в стандартах на пряности и приправы.

Требования настоящего стандарта являются рекомендуемыми.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения влаги отгонкой в пряностях и приправах

2. ССЫЛКИ

[ГОСТ 28875-90 Пряности. Приемка и методы анализа.](#)

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Содержание влаги - количество воды, в процентах (по массе), перегнанное и собранное в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Определение количества воды, увлеченной азеотропной отгонкой при помощи органического растворителя, не смешивающегося с водой, и собранной в градуированной пробирке.

5. РЕАКТИВ

5.1. Толуол

Насыщают толуол водой, встряхивая его с небольшим количеством воды, и перегоняют. Используют отогнанный толуол для определения влаги.

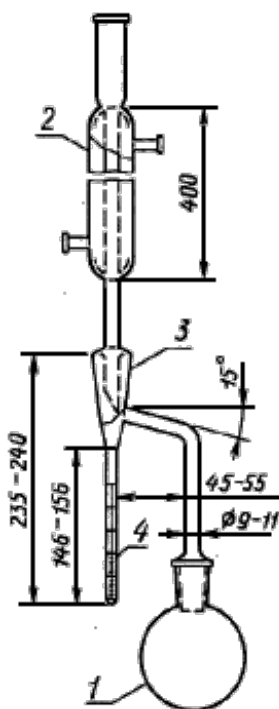
Примечание. Для определения влаги используют различные растворители.

Если в стандарте на пряности и приправы не указан другой растворитель, то для определения должен быть использован в качестве растворителя толуол.

6. АППАРАТУРА

6.1. Прибор для отгонки (см. чертеж и приложение) состоит из частей, указанных в пп.6.1.1-6.1.3.

Прибор для отгонки



1 - колба; 2 - обратный холодильник;
3 - приемник; 4 - градуированная пробирка

6.1.1. Колба короткогорлая вместимостью 500 см³.

6.1.2. Обратный холодильник.

6.1.3. Приемник с градуированной пробиркой, расположенной между колбой и холодильником.

6.2. Аналитические весы.

7. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по [ГОСТ 28876](#).

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1. Подготовка прибора

Промывают прибор моющей смесью бихромата калия и серной кислоты, чтобы свести к минимуму сцепление водяных капель со стенками холодильника и приемника. Тщательно ополаскивают водой и полностью высушивают перед определением.

8.2. Подготовка пробы для анализа

Подготовка пробы для анализа - по [ГОСТ 28875](#).

8.3. Аналитическая проба

Взвешивают с точностью до 0,01 г около 40 г пробы для анализа (п.8.2), чтобы количество собранной воды не превышало 4,5 см³.

8.4. Ход анализа

Количественно переносят аналитическую пробу (п.8.3) в колбу для отгонки (п.6.1.1) с толуолом (п.5.1), добавляют достаточное количество толуола (около 75 см³ целиком), чтобы образец покрыть полностью, и встряхивают колбу для перемешивания содержимого. Устанавливают прибор и наполняют приемник (п.6.1.3) толуолом по каплям через холодильник (п.6.1.2), пока не начнется переливание в колбу для отгонки. Если необходимо, закрывают верхнюю часть холодильника пробкой из рыхлой ваты или вставляют небольшую хлоркальциевую трубку, чтобы предотвратить конденсацию атмосферной влаги в самом холодильнике. Чтобы регулировать дефлегмацию, обертывают колбу и трубку, ведущую к сборнику, асбестовой тканью. Нагревают колбу так, чтобы скорость отгонки была около 100 капель в мин. Когда большая часть воды отгонится, увеличивают скорость отгонки до 200 капель в мин и отгоняют, пока не прекратится капание воды. Время от времени холодильник промывают во время отгонки 5 см³ толуола, чтобы смыть влагу, осевшую на стенках. Для отделения воды от толуола в приемнике и холодильнике

может быть помещена медная спираль, которую периодически надо двигать вверх и вниз, таким образом вызывая осаждение воды на дно приемника. Проводят отгонку, пока уровень воды в приемнике не останется постоянным в течение 30 мин, и затем отключают источник тепла.

Промывают холодильник толуолом, как требуется, используя медную спираль, чтобы освободиться от капель влаги.

Погружают приемник в воду при комнатной температуре на 15 мин или пока слой толуола не станет прозрачным; затем отмечают объем воды.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю влаги в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{100 \cdot V \cdot \rho}{m},$$

где V - объем отогнанной воды, см³;

m - масса аналитической пробы, г;

ρ - плотность воды, г/см³.

Принято, что плотность воды равна 1 г/см³.

10. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа должен быть указан использованный метод и полученный результат. В протоколе указывают условия анализа, не установленные настоящим стандартом, и другие условия, влияющие на результат.

Протокол должен содержать все данные, необходимые для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ (справочное). ПРИБОР ДЛЯ ОТГОНКИ

ПРИЛОЖЕНИЕ Справочное

Аппарат состоит из нагреваемой стеклянной колбы, обратного холодильника и приемника, который соединен с колбой. Соединения между приемником и холодильником и колбой - это взаимозаменяемые шлифованные соединения. Приемник служит для отбора и измерения сконденсированной воды и возвращения растворителя в колбу.

Прибор показан на чертеже и содержит следующие составные части:

1) Колбу вместимостью 500 см^3 , изготовленную из термостойкого стекла, хорошо обожженного и, по возможности, без полос и прочих дефектов.

2) Обратный холодильник, охлаждаемый водой, стеклянный, длиной 400 мм и диаметром внутренней трубки от 9,5 до 12,5 мм. Конец холодильника, вставленный в приемник, может быть отшлифован под углом 30° от вертикальной оси холодильника. При помещении в приемник конец холодильника должен находиться на 6-7 мм выше поверхности жидкости в приемнике, после того как условия отгонки установлены.

3) Приемник вместимостью 5 см^3 изготовлен из термостойкого стекла, хорошо обожженного и, по возможности, без полос и прочих дефектов, снабжен шлифованными стеклянными соединениями (форма, размеры и допуски даны на рисунке), состоит в основном из верхней камеры вместе с пробиркой и притертой отводной трубкой, ведущей в колбу, и градуированной пробирки вместимостью 5 см^3 , когда она наполнена до высшей метки.

Шкала охватывает диапазон от 0 до 5 см^3 и градуирована с интервалами $0,1 \text{ см}^3$. Градуировочные отметки, соответствующие каждому кубическому сантиметру, обозначены числами по всей пробирке и нанесены таким образом, что ошибка при определении любого указанного объема не превышает $0,05 \text{ см}^3$.

Источник тепла - масляная баня, электронагреватель, снабженный скользящим реостатом или другими средствами теплового контроля.

Температура масла в бане не должна быть намного выше точки кипения толуола.

4) Медная проволока, достаточно длинная, чтобы пройти через холодильник, один конец - в виде спирали. Диаметр спирали такой, чтобы она была достаточно плотно пригнана в градуированной части приемника, но не могла самопроизвольно двигаться вверх и вниз.

Текст документа сверен по:
официальное издание
Пряности. Технические условия.
Методы анализа: Сб. ГОСТов. -
М.: ИПК Издательство стандартов, 2004