



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**МАРГАРИНИ,
ЖИРИ КОНДИТЕРСЬКІ
ТА ДЛЯ МОЛОЧНОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ**

**Правила приймання
та методи випробування**

ДСТУ 4463:2005

Видання офіційне

БЗ № 8– 2005/543

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2006

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут олій та жирів (УкрНДІОЖ) спільно з Технічним комітетом зі стандартизації «Олії, жири та продукти їх переробки» (ТК 86)

РОЗРОБНИКИ: **В. Голодняк**, канд. техн. наук; **Ю. Захаренко**; **Л. Зеленіна**; **Е. Калюжна**; **П. Петік**, канд. техн. наук (керівник розробки); **Л. Сімакович** (керівник розробки)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 16 вересня 2005 р. № 265

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ: (зі скасуванням в Україні ГОСТ 976–81)

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України.**

Держспоживстандарт України, 2006

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	3
4 Правила приймання	4
5 Методи контролювання	4
5.1 Відбирання проб	4
5.2 Визначання якості продукції органолептичним методом	5
5.3 Визначання прозорості жирів	6
5.4 Визначання вологи і летких речовин в маргарині (масова частка жиру 40 % та більше)	6
5.5 Прискорений метод визначання вологи і летких речовин в маргарині (масова частка жиру 40 % та більше)	7
5.6 Визначання вологи і летких речовин в низькожирному маргарині (масова частка жиру менша ніж 40 %)	8
5.7 Прискорений метод визначання вологи і летких речовин в низькожирному маргарині (масова частка жиру менша ніж 40 %)	9
5.8 Визначання вологи і летких речовин в жирах кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості	10
5.9 Визначання кислотного числа жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості	10
5.10 Визначання кислотності маргарину	11
5.11 Визначання масової частки жиру в маргарині методом визначання сухого знежиреного залишку	12
5.12 Визначання вмісту жиру в маргарині методом екстрагування в апараті Сокслета	13
5.13 Прискорений метод визначання масової частки жиру в маргарині за допомогою розрахунків	14
5.14 Визначання масової частки жиру в жирах кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості	14
5.15 Визначання температури плавлення жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості і жиру, виділеного з маргарину	14
5.16 Визначання температури застигання жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості	16
5.17 Визначання твердості кондитерського жиру для шоколадних виробів, цукерок, а також саломасу марки 5	16
5.18 Визначання твердості жирів за винятком кондитерського жиру для шоколадних виробів, цукерок, а також саломасу марки 5	17
5.19 Визначання твердості маргарину	18
5.20 Визначання масової частки кухонної солі в маргарині методом титрування	18
5.21 Визначання масової частки кухонної солі в маргарині методом спалювання	19
5.22 Визначання тривкості рідкого маргарину	20

5.23	Визначання масової частки твердих тригліцеридів методом імпульсного ядерного магнітного резонансу	21
5.24	Визначання масової частки твердих тригліцеридів в жирі, виділеному з маргарину дилатометричним методом	21
5.25	Визначання пероксидного числа жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості і жиру, виділеного з маргарину	23
5.26	Визначання масової частки лінолевої кислоти	23
5.27	Метод визначання рН водної або водно-молочної фази маргарину	24
5.28	Методи визначання масових часток консервантів в маргарині	24
5.29	Вимоги щодо безпеки під час випробовування	28
5.30	Вимоги до кваліфікації оператора	28
Додаток А Визначання масової частки кухонної солі методом титрування		29
Додаток Б Методика виконання вимірювань масової частки транс-ізомерів олеїнової кислоти		30
Додаток В Рисунок В.1 Прилад Жукова		32
Додаток Г Рисунок Г.1 Твердомір Камінського		33
Додаток Д Рисунок Д.1 Дилатометр скляний		34
Додаток Ж Бібліографія		35

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**МАРГАРИНИ,
ЖИРИ КОНДИТЕРСЬКІ
ТА ДЛЯ МОЛОЧНОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ**
Правила приймання та методи випробування

**МАРГАРИНЫ,
ЖИРЫ КОНДИТЕРСКИЕ
И ДЛЯ МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**
Правила приемки и методы испытаний

**MARGARINES,
FATS PASTRY SHOPS
AND FOR MILK INDUSTRY**
Formal acceptance Rules and trials methods

Чинний від 2007-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на маргарини, жири кондитерські, кулінарні, хлібопекарські та для молочної промисловості і встановлює правила їх приймання та методи контролювання таких показників: колір; запах і смак; консистенція; прозорість; масова частка вологи та летких речовин; масова частка жиру; кислотне число жиру; кислотність маргарину; температура плавлення; температура застигання; твердість; масова частка кухонної солі; стійкість рідкого маргарину; масова частка твердих тригліцеридів, пероксидне число, вміст вітамінів, масова частка лінольової кислоти, метод визначання рН водної або водно-молочної фази маргарину і масова частка консервантів.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2391–94 Система технологічної документації. Терміни та визначення

ДСТУ 2887–94 Пакування та маркування. Терміни та визначення

ДСТУ 2888–94 Пакування та консервація. Терміни та визначення

ДСТУ 3585–97 (ГОСТ 13830–97) Сіль кухонна. Загальні технічні умови

ДСТУ 4349:2004 Олії. Методи відбирання проб

ДСТУ 4350:2004 Олії. Методи визначання кислотного числа

ДСТУ ISO 3960:2001 Жири та олії тваринні та рослинні. Визначення пероксидного числа

ДСТУ ISO 5555:2003 Жири та олії тваринні і рослинні. Відбирання проб

ДСТУ ISO 8292:2003 Жири та олії тваринні та рослинні. Визначення вмісту твердого жиру.

Метод імпульсного ядерного магнітного резонансу

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (Шкідливі речовини. Класифікація і загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.018–93 ССБТ. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования безопасности (Пожежовибухобезпека статичної електрики. Загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту)

ГОСТ 400–80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия (Термометри скляні для випробовувань нафтопродуктів. Технічні умови)

ГОСТ 1277–75 Серебро азотнокислое. Технические условия (Срібло азотнокисле. Технічні умови)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

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

ГОСТ 4166–76 Натрий серноокислый. Технические условия (Натрій сірчаноокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Кислота серная. Технические условия (Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4207–75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия (Калій залізістосинеродистий 3-водний. Технічні умови)

ГОСТ 4220–75 Калий двуххромовокислый. Технические условия (Калій двоохромовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Натрия гидроксид. Технические условия (Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4459–75 Калий хромовокислый. Технические условия (Калій хромовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 5471–83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб (Олії. Правила приймання і методи відбирання проб)

ГОСТ 5541–2002 Средства укупорочные корковые. Общие технические требования (Засоби закупорювальні коркові. Загальні технічні вимоги)

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

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

ГОСТ 10733–98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия (Годинники наручні та кишенькові механічні. Загальні технічні умови)

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

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

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

ГОСТ 15895–77 Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения (Статистичні методи керування якістю продукції. Терміни та визначення)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 19213–73 Сероуглерод синтетический технический. Технические условия (Сірковуглець синтетичний технічний. Технічні умови)

ГОСТ 22524–77 Пикнометры стеклянные. Технические условия (Пікнометри скляні. Технічні умови)

ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загального призначення і взірцеві. Загальні технічні умови)

ГОСТ 24363–80 Калия гидроксид. Технические условия (Калію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд і устаткування лабораторне скляне. Типи, основні параметри і розміри)

ГОСТ 25794.1–83 Реактивы. Методы приготовления титровальных растворов для кислотно-основного титрования (Реактиви. Методи готування титрувальних розчинів для кислотно-основного титрування)

ГОСТ 25794.3–83 Реактивы. Методы приготовления титровальных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов (Реактивы. Методи готування титрувальних розчинів для титрування осаджуванням, неводного титрування та інших методів)

ГОСТ 26593–85 Масла растительные. Метод определения перекисного числа (Олії. Метод визначання пероксидного числа)

ГОСТ 26668–85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов (Продукти харчові і смакові. Методи відбирання проб для мікробіологічного аналізування)

ГОСТ 26669–85 Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов (Продукти харчові і смакові. Готування проб для мікробіологічного аналізування)

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробовувань)

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

ГОСТ 29251–91 (ISO 385/1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги)

ГОСТ 30418–96 Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. (Олії. Метод визначання жирнокислотного складу)

ГОСТ 30623–98 Масла растительные и маргариновая продукция. Метод обнаружения фальсификации. (Олії та маргаринова продукція. Метод виявлення фальсифікації)

ДК 004–2003 Український класифікатор нормативних документів.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, вжиті у цьому стандарті, що установлені в ДСТУ 2887, ДСТУ 2888, ГОСТ 15895, та визначення позначених ними понять:

3.1 партія

Партією вважають кількість маргарину або жиру однієї назви, вироблену протягом визначеного строку у одних і тих самих умовах, з однаковими показниками якості, супроводжену одним документом, що засвідчує якість продукції

3.2 пакування; упаковка

Засіб чи комплекс засобів, який забезпечує захист продукції від пошкоджень та втрат, довілля від забруднень, а також процес обігу продукції.

Примітка. Під процесом обігу продукції розуміють транспортування, зберігання та реалізацію продукції

3.3 пакування (Нд затарювання, укупорювання, загортання)

Готування продукції до транспортування, зберігання, реалізації і споживання із застосуванням пакування

3.4 пакувальна одиниця

Виріб, що утворюється внаслідок з'єднання упаковуваної продукції з пакуванням

3.5 фасування (Нд фасовка, розфасовка, наповнення)

Розміщення продукції в тару чи пакувальний матеріал з попереднім чи одночасним дозуванням продукції

3.6 маркування

Нанесення тексту, умовних позначок та малюнків на пакуванні та (або) продукції

3.7 вибірка

Виріб або визначена сукупність виробів, що відібрані з партії або потоку продукції для контролювання

3.8 проба

Визначена кількість продукції, що відібрана для контролювання

3.9 точкова проба (Нд разова проба)

Проба, яку беруть одноразово із визначеної частини продукції

3.10 об'єднана проба (Нд загальна проба)

Проба, що складається із серії точкових проб.

Примітка. Об'єднана проба може бути одержана змішуванням точкових проб або без цього.

4 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

4.1 Продукцію приймають партіями.

Кожну партію продукції супроводжують документом встановленої форми, що підтверджує їхню якість і безпеку.

Цей документ містить:

- назву підприємства-виробника, знак для товарів та послуг, юридичну адресу підприємства, місце виготовлення;
- назву продукції;
- номер і масу партії, дату відвантажування;
- дату виготовлення або кінцевий термін реалізації (число, місяць, рік) і строк придатності до споживання;
- результати випробовувань за показниками якості;
- умови зберігання;
- позначення цього стандарту.

4.2 Правильність пакування і маркування на відповідність вимогам нормативної документації перевіряють на 5 % пакувальних одиниць партії.

4.3 Для контролювання якості на підприємстві, що виробляє продукцію, відбирають від кожних 1—2 т:

- одну пакувальну одиницю розфасованого маргарину або жиру (пачку, стаканчик, коробочку, тощо);
- пробу масою 200 г від однієї пакувальної одиниці для нерозфасованого маргарину або жиру.

4.4 Для контролювання якості під час приймання продукції складають вибірку випадковим чином, рівномірно охоплюючи усю партію:

- для нерозфасованого маргарину або жиру від партії масою 6 т і більше — від кожних 1,5 т продукції одну пакувальну одиницю; від партії масою, меншою за 6 т — чотири пакувальних одиниці;
- для розфасованого маргарину або жиру від партії масою 4 т і більше — від кожної 1 т продукції одну пачку (стаканчик, коробочку, тощо) з середини кожної пакувальної одиниці; від партії меншою за 4 т — чотири пачки (стаканчики, коробочки, тощо).

У разі постачання маргарину або жиру в цистернах — кожну цистерну вважають партією.

4.5 У разі одержання незадовільних результатів контролювання хоч би за одним із показників проводять повторні випробовування від подвоєної вибірки або проби. Результати повторних аналізів поширюються на всю партію. У разі отримання незадовільних результатів партію бракують повністю.

5 МЕТОДИ КОНТРОЛЮВАННЯ

5.1 Відбирання проб

5.1.1 Точкову пробу маргарину або жиру відбирають щупом з кожної відібраної для контролювання пакувальної одиниці.

Щуп повинен бути виготовлений з неіржавкої сталі, алюмінію або покритий антикорозійним сплавом. Діаметр щупа (3,0—3,5) см, довжина — відповідно до висоти тари. Щуп повинен бути чистий, сухий.

Під час відбирання точкових проб з ящиків щуп занурюють на всю довжину по діагоналі від торцевої стінки ящика до центру.

Під час відбирання проб з бочок, фляг і барабанів щуп занурюють на всю довжину з нахилом від краю тари до центру.

З точкової проби маргарину або жиру шпателем зрізають частину точкової проби, не охоплюючи стінками щупа на всю довжину.

Маргарин або жир, що залишилися в щупі, повертають на місце відбирання і поверхню акуратно зарівнюють.

Точкову пробу охолодженого до мінусових температур маргарину відбирають нагрітим щупом, для чого щуп спочатку опускають в гарячу воду за температури від 50 °С до 70 °С, потім ретельно висушують.

Точкові проби розфасованого маргарину або жиру відбирають від кожної пакувальної одиниці, що становить вибірку, масою від 20 г до 30 г.

5.1.2 Відбирають точкові проби рідкі маргарини або жири з контейнерів, автоцистерн і залізничних цистерн згідно з ДСТУ 4349 або ДСТУ ISO 5555.

5.1.3 Для складання об'єднаної проби точкові проби маргарину або жиру вміщують у щільно закриті банки з накривками.

5.1.4 Банку з об'єднаною твердою пробою маргарину масою близько 200 г вміщують в теплу воду за температури від 40 °С до 50 °С, низькожирного маргарину (вміст жиру менший ніж 40 %) — у теплу воду за температури від 30 °С до 40 °С.

Щоб уникнути розшарування маргарину, банку обережно обертють або вміст банки ретельно перемішують шпателем.

Як тільки маргарин набуде необхідної рухливості, банку виймають і продовжують перемішувати пробу обертальним рухом банки або шпателем до загустіння маси, після чого з проби відбирають наважки для проведення випробовувань фізико-хімічних показників.

Вміст банки з об'єднаною пробою рідкого маргарину або жиру ретельно перемішують шпателем, після чого відбирають наважки для проведення аналізу.

5.1.5 Об'єднану тверду пробу маргарину масою більшою ніж 200 г вміщують в лабораторну мішалку, перемішують до отримання однорідної сметаноподібної маси. Зупиняють мішалку і відбирають досліджувану пробу в кількості 200 г у щільно закриту банку з накривкою, охолоджують і з охолодженої проби беруть наважку для лабораторних випробовувань.

Допустимо перемішування об'єднаної проби масою більшою ніж 200 г проводити у вмістищі відповідного об'єму — згідно з 5.1.4

5.1.6 Об'єднану пробу жиру масою, більшою ніж 200 г, розплавляють за температури від 40 °С до 50 °С для м'яких жирів, для твердих жирів (кондитерського, саломасу М-5 тощо) за температури від 60 °С до 80 °С, перемішують шпателем. Якщо маса об'єднаної проби більша ніж 200 г, відливають частину проби об'ємом близько 200 см³ і охолоджують. Наважку для випробовування відбирають з охолодженої проби.

5.1.7 Відбирають проби продукції і готують їх для мікробіологічних досліджень згідно з ГОСТ 26668, ГОСТ 26669 та Інструкцією 4.4.10.2.209 [1].

5.1.8 У разі виникнення розбіжностей в оцінюванні якості продукції або, якщо випробовування проводять не на підприємстві, яке виробляє цю продукцію, відібрану об'єднану пробу вміщують в скляну або металеву банку, вистелену пергаментом. Банку щільно закривають накривкою, опечатують і наклеюють етикетку, де зазначають назву продукції, дату виготовлення, номер партії, зміни або проби.

Пробу супроводжують актом відбирання проб, де зазначають: назву відправника, підприємства-виробника, назву продукту, позначення стандарту, номер партії, дату виготовлення і дату відбирання проби, прізвища і підписи осіб, що відібрали пробу, та мету відбирання проби.

5.2 Визначання якості продукції органолептичним методом

5.2.1 Визначання кольору, запаху і смаку, консистенції

Визначання кольору, запаху і смаку для всіх видів маргаринів та жирів допустимо проводити безпосередньо після виготовлення.

Визначання консистенції жирів, твердого та м'якого маргарину в об'єднаній пробі — не раніше ніж через 24 год після виготовлення.

5.2.2 Визначання кольору

Колір твердого маргарину та жиру визначають огляданням зрізу точкової проби або огляданням зрізу продукту в пакувальній одиниці за температури продукту (18 ± 1) °С, м'якого маргарину — за температури (15 ± 1) °С.

Колір рідких маргарину або жиру визначають за температури продукту на (5—10) °С вище за його температуру плавлення огляданням проби для аналізу об'ємом не меншим ніж 30 см³, яка вміщена в склянку з безбарвного скла із зовнішнім діаметром 40 мм і висотою 60 мм. Склянку встановлюють на листку білого паперу і розглядають в прохідному світлі. У цьому разі відмічають однорідність забарвлення і його відтінки.

5.2.3 Визначання запаху і смаку

Запах і смак твердого маргарину і жиру визначають в об'єднаній пробі органолептично за температури продукту (18 ± 1) °С, м'якого маргарину — за температури (15 ± 1) °С, рідкого маргарину і жиру за температури на (5—10) °С вище їх температури плавлення.

Під час визначання смаку кількість продукту повинна бути достатньою для розподілу по всій порожнині рота.

Продукт розжовують протягом від 20 с до 30 с без проковтування.

5.2.4 Визначання консистенції

Консистенцію твердого маргарину (крім бутербродного) або жиру визначають за температури продукту (20 ± 2) °С, бутербродного (10 ± 2) °С, м'якого маргарину — за температури продукту (15 ± 1) °С розрізанням у трьох місцях пачки або точкової проби нерозфасованого маргарину або жиру. Одночасно розглядають його стан, форму і поверхню зрізу.

Про консистенцію судять по зусиллю, яке прикладають під час розрізання, зміненню або зберіганню структури, наявності або відсутності крапель маргарину або жиру іншої консистенції, наявності або відсутності вологи на зрізі.

5.3 Визначання прозорості жирів

5.3.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Баня водяна, інтервал температур від 50 °С до 70 °С.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 1 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 50 °С до 70 °С.

Пробірки — згідно з ГОСТ 25336.

Склянки В-1-100, В-1-150 або В-1-250 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

5.3.2 Правила готування до проведення випробовування

У склянці на водяній бані за температури від 50 °С до 70 °С розплавляють від 70 г до 100 г жиру.

5.3.3 Методика та правила випробовування

У пробірку наливають розплавлений жир і розглядають його в прохідному і відображеному світлі на фоні білого екрана.

Якщо в жирі є пухирці повітря (уявна каламутність), пробірку вміщують у водяну баню на (2—3) хв, після чого визначають прозорість жиру.

5.4 Визначання вологи і летких речовин в маргарині (масова частка жиру 40 % та більше)

Метод застосовують у разі виникнення розбіжностей в оцінюванні якості продукції.

5.4.1 Норми точності вимірювання

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань ± 0,08 % за довірчої імовірності 0,95.

5.4.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г або інші ваги такого самого класу точності.

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує похибку підтримування температури не більше ніж 3 °С.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом з ціною поділки 1 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 160 °С до 180 °С.

Ексикатор 2-190 або 2-250 — згідно з ГОСТ 25336, заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Склянки В-1-250 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Плитка електрична побутова — згідно з ГОСТ 14919.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733, який дає змогу міряти час з точністю до 1 хв.

Пінцет.

5.4.3 Правила готування до випробування

Склянку сушать 2 год за температури 120 °С, охолоджують в ексикаторі 40 хв і зважують, записують результат в грамах до третього десяткового знака.

5.4.4 Методика та правила випробування

У підготовлену, згідно з 5.4.3, склянку зважують близько 3 г маргарину і записують результат до третього десяткового знака.

Склянку ставлять на електроплитку за температури від 160 °С до 180 °С, безперервно перемішують його вміст коловими рухами, не допускаючи розбризкування. Остаточне видалення вологи визначають за відсутністю потріскування і зміною кольору маргарину до світло-коричневого. Для видалення вологи зі стінок склянки його додатково висушують в сушильній шафі протягом 30 хв за температури від 100 °С до 105 °С. Склянку охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв, зважують і записують результат в грамах до третього десяткового знака.

5.4.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку вологи і летких речовин (X_1)*, у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = 100 \frac{m_1 - m_2}{m}, \quad (1)$$

де m_1 — маса склянки з маргарином до висушування, г;

m_2 — маса склянки з маргарином після висушування, г;

m — маса наважки маргарину, г.

За результат випробування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Допустимі розходження, дозволені між паралельними визначаннями, не повинні перевищувати 0,2 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.4.6 Правила оформлювання результатів

Результати випробувань оформлюють протоколом, в якому необхідно зазначити:

— всю інформацію, необхідну для повної ідентифікації проби;

— використаний метод відбирання проб;

— використаний метод випробування з посиланням на цей стандарт;

— всі робочі деталі проведення випробування, не зазначені у цьому стандарті, або такі, що їх розглядають як необов'язкові, а також усі обставини, що могли вплинути на результат(и) випробування;

— отриманий(-і) результат(и) випробування у відповідних одиницях.

5.5 Прискорений метод визначання вологи і летких речовин в маргарині (масова частка жиру 40 % та більше)

5.5.1 Норми точності вимірювання

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,1 % за довірчої імовірності 0,816.

5.5.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг або інші ваги такого самого класу точності.

Плитка електрична побутова закрита — згідно з ГОСТ 14919.

Склянки В-1-250 ТС — згідно з ГОСТ 25336, або алюмінієві тих самих розмірів.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 1 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 160 °С до 180 °С.

Ексикатор 2-190 або 2-250 — згідно з ГОСТ 25336, заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Скло годинникове.

* Індекси показника X подано згідно з нумерацією формул.

5.5.3 Методика та правила випробовування

У склянку зважують близько 5 г маргарину і записують результат до другого десяткового знака. Склянку вміщують на плитку, розігріту до температури від 160 °С до 180 °С. Температуру плитку контролює термометр, занурений у склянку з рафінованою олією, яку ставлять на плитку поруч з пробою. Вміст склянки безперервно перемішують коловими рухами.

Про видалення вологи судять за відсутності запітнівання годинникового скла після припинення потрiскування і змінення кольору маргарину до світло-коричневого.

Склянку з вмістом охолоджують на столі протягом 10 хв, зважують і записують результат до другого десяткового знака.

5.5.4 Правила опрацювання результатів

Масову частку вологи і летких речовин в маргарині (X_1), у відсотках, обчислюють відповідно до 5.4.5.

За результат випробовувань беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень. Розходження, допустимі між паралельними визначеннями, не повинні перевищувати 0,3 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округленням результату до першого десяткового знака.

5.5.5 Правила оформлення результатів

Правила оформлення результатів відповідно до 5.4.6

5.5.6 Допустимо застосовувати засоби вимірювальної техніки, які атестовані і на які є атестована Держспоживстандартом України методика виконання вимірювань.

5.6 Визначення вологи і летких речовин в низькожирному маргарині (масова частка жиру менша ніж 40 %)

5.6.1 Норми точності вимірювання

Межа можливих значень допустимої відносної похибки вимірювань масової частки вологи і летких речовин у маргарині 0,9 % за довірчої імовірності 0,95.

5.6.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г або інші ваги такого самого класу точності.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 2 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 90 °С до 110 °С.

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує підтримання температури у межах (105 ± 5) °С.

Ексикатор 2-190 або 2-250 — заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Бюкси алюмінієві діаметром 5 см, висотою 4 см з накривками або склянки СН-45/13 (60/14) — згідно з ГОСТ 25336.

Палички скляні довжиною від 7 см до 9 см.

Сито з діаметром отвору від 1,0 мм до 1,5 мм.

Піч муфельна.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, водний розчин 1:1.

Метилловий оранжевий — водний розчин з масовою часткою індикатора 1 %.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Пісок, промитий і прожарений.

Допустиме використання інших засобів контролювання і допоміжних пристроїв з технічними і метрологічними характеристиками не гірше, а реактиви з якості не нижче вказаних.

5.6.3 Правила готування до випробовування

Пісок просівають крізь сито з діаметром отвору від 1,0 мм до 1,5 мм та промивають водопровідною водою. Доливають розчин соляної кислоти так, щоб пісок весь був покритий нею, перемішують і залишають на (10—12) год. Потім зливають соляну кислоту, ретельно промивають пісок до зникнення кислої реакції (проводять пробу на лакмус або метилловий оранжевий). Останнє промивання проводять здистильованою водою, після чого пісок висушують на повітрі, потім прожарюють в муфельній печі за температури від 800 °С до 1000 °С до повного знищення органічних речовин (через 10 хв після припинення виділення диму).

Підготовлений таким чином пісок зберігають в закритій склянці.

5.6.4 Методика та правила випробування

В чисту бюксу зі скляною паличкою зважують від 20 г до 21 г піску і записують результат до другого десяткового знака і разом зі скляною паличкою сушать в сушильній шафі за температури $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ до постійної маси. Перше та наступні зважування проводять через кожні 30 хв сушіння, охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв, записують результат до четвертого десяткового знака.

У підготовлену бюксу з піском зважують від 2 г до 3 г маргарину і записують результат до четвертого десяткового знака. Розплавлений маргарин перемішують з піском, який перебуває у бюксі, і сушать протягом 2 год за температури $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$, після чого охолоджують в ексикаторі і зважують. Наступні зважування проводять через кожні 30 хв сушіння до постійної сухої маси.

Постійна маса вважається досягнутою, якщо різниця між двома послідовними зважуваннями не перевищує 0,0002 г. У випадку збільшення маси беруть дані попереднього зважування.

5.6.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку вологи і летких речовин (X_2), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = 100 \frac{m_1 - m_2}{m}, \quad (2)$$

де m_1 — маса бюкси з піском і пробєю до висушування, г;

m_2 — маса бюкси з піском і пробєю після висушування, г;

m — маса наважки маргарину, г.

За результат випробування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, що допустиме між паралельними визначеннями, не повинно перевищувати 0,65 %.

Обчислення проводять до третього десяткового знака з подальшим округленням результату до другого десяткового знака.

5.6.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.7 Прискорений метод визначання вологи і летких речовин в низькожирному маргарині (масова частка жиру менша ніж 40 %)

5.7.1 Норми точності вимірювання

Межа можливих значень допустимої відносної похибки вимірювань масової частки вологи і летких речовин у маргарині 1,2 % за довірчої імовірності 0,95.

5.7.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Додатково до 5.6.2:

Плитка електрична побутова закрита — згідно з ГОСТ 14919.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки $2 ^\circ\text{C}$, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від $160 ^\circ\text{C}$ до $180 ^\circ\text{C}$.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733, який дає змогу міряти час з точністю до 1 хв.

Скло годинникове.

Кільце фільтрувального паперу.

5.7.3 Правила готування до проведення випробування

Правила готування до проведення випробування відповідно до 5.6.3.

5.7.4 Методика та правила проведення випробування

Чисту суху металеву бюксу зі скляною паличкою та з (20—21) г прожареного піску закривають кільцем фільтрувального паперу і зважують і записують результат до другого десяткового знака.

У підготовлену таким чином бюксу зважують від 5 г до 6 г маргарину і записують результат до другого десяткового знака і розміщують її на електроплитці, яка забезпечує нагрівання в інтервалі від $160 ^\circ\text{C}$ до $180 ^\circ\text{C}$.

Температуру плитки контролюють термометром, що занурений у склянку з рафінованою олією, яку ставлять на плитку поруч із пробєю.

Після припинення потрiскування знімають кільце фільтрувального паперу.

Про видалення вологи судять по відсутності запотівання годинникового скла.

Бюксу із вмістом охолоджують на столі протягом від 10 хв до 15 хв і зважують разом з кільцем фільтрувального паперу, записують результат до другого десяткового знака.

5.7.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку вологи і летких речовин (X), у відсотках, обчислюють відповідно до 5.6.5.

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 0,8 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.7.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів відповідно до 5.4.6

5.7.7 Допустимо застосовувати засоби вимірювальної техніки, які атестовані і на які є атестована Держспоживстандартом України методика виконання вимірювань.

5.8 Визначання вологи і летких речовин в жирах кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості

5.8.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 0,2 % до 1,0 %. Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,01 % за довірчої імовірності 0,95.

5.8.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г або інші ваги такого самого класу точності.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 1 °С.

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує похибку підтримування температури не більше ніж 3 °С.

Ексикатор 2-190 або 2-250 — згідно з ГОСТ 25336, заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Бюкси алюмінієві діаметром 5 см, висотою 4 см з накривкою.

5.8.3 Методика та правила випробовування

У бюксу, висушену зі скляною паличкою і накривкою за температури 120 °С протягом 1 год, охолоджену в ексикаторі 40 хв, зважену на вагах із записом результату у грамах до третього десяткового знака, зважують близько 10 г жиру і записують результат у грамах до третього десяткового знака.

Бюксу з відкритою накривкою вміщують в сушильну шафу і сушать за температури від 100 °С до 105 °С протягом 30 хв. Бюксу закривають накривкою, охолоджують в ексикаторі 40 хв і зважують. Подальші зважування проводять через кожні 20 хв висушування.

Постійна маса вважається досягнутою, якщо різниця між двома подальшими зважуваннями не перевищує 0,001 г.

У разі збільшення маси беруть дані попереднього зважування.

5.8.4 Правила опрацювання результатів

Масову частку вологи і летких речовин (X_2), у відсотках, обчислюють відповідно до 5.4.5.

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 0,02 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.8.5 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.9 Визначання кислотного числа жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості

Визначання кислотного числа жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості — згідно з ДСТУ 4350.

5.10 Визначання кислотності маргарину

5.10.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 0,5° Кеттсторфера до 3,5° Кеттсторфера. Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,07° Кеттсторфера, за довірчої імовірності 0,95.

5.10.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг або інші ваги такого самого класу точності.

Баня водяна.

Колби конічні Кн-1-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Бюретка 3-2-25-0,1 або 3-2-50-0,1 — згідно з ГОСТ 29251.

Плитка електрична побутова закрита — згідно з ГОСТ 14919.

Секундомір [2] або [3].

Фенолфталеїн, 1%-вий спиртовий розчин.

Тимолфталеїн, 1%-вий спиртовий розчин.

Калію гідроксид — згідно з ГОСТ 24363, х. ч. або ч. д. а., або натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, х. ч. або ч. д. а., розчини концентрацією $c(\text{KOH}$ або $\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) приготований згідно з ГОСТ 25794.3 і ГОСТ 25794.1 відповідно.

Ефір діетиловий фармакопейний, перегнаний за температури 34,5 °С, за необхідності висушений попередньо над хлоридом кальцію або сірчаноокислим натрієм.

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ГОСТ 18300.

5.10.3 Правила готування до випробування

Безпосередньо перед визначанням кислотності готують спирто-ефірну суміш (1:1), яку нейтралізують 0,1 н. розчином KOH або NaOH в присутності фенолфталеїну до появи рожевого кольору, що не зникає протягом 1 хв.

Для фруктових маргаринів, які мають рожевий колір, нейтралізацію проводять в присутності тимолфталеїну до появи синього фарбування, що не зникає протягом 1 хв.

5.10.4 Методика та правила випробування

На вагах в конічній колбі зважують близько 5 г маргарину і записують результат до другого десяткового знака. Колбу з вмістом злегка нагрівають на водяній бані до розплавлювання маргарину, додають 20 см³ спирто-ефірної суміші, п'ять крапель фенолфталеїну і титрують (за постійного помішування) розчином KOH або NaOH до появи рожевого фарбування, що не зникає протягом 1 хв.

У разі аналізування шоколадних а також фруктових маргаринів, які мають рожевий колір, титрування проводять в присутності тимолфталеїну до появи синього фарбування, що не зникає протягом 1 хв

5.10.5 Правила опрацювання результатів

Кислотність (X_3) в градусах Кеттсторфера обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{10 \cdot V \cdot K}{m}, \quad (3)$$

де V — кількість розчину KOH або NaOH, яку витрачають на титрування, см³;

K — поправка до титру розчину KOH або NaOH;

m — маса наважки маргарину, г;

10 — коефіцієнт, що враховує кількість розчину концентрації $c(\text{KOH}$ або $\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н), який витрачають на титрування 100 г маргарину.

За результат випробування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Допустимі розходження між паралельними визначаннями не повинні перевищувати 0,2° Кеттсторфера.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.10.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів відповідно до 5.4.6

5.11 Визначання масової частки жиру в маргарині методом визначання сухого знежиреного залишку

Метод застосовують у разі виникнення розбіжностей в оцінюванні якості продукції.

5.11.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 40 % до 85 %. Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,1 % за довірчої імовірності 0,786.

5.11.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Для проведення визначання додатково до вказаних у 5.4.2 потрібно застосовувати:

Ексикатор 2-190 або 2-250 — згідно з ГОСТ 25336, заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Склянки В-1-250 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Колби конічні Кн-1-250 або Кн-2-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Лійки лабораторні В-100-150 або В-100-200 — згідно з ГОСТ 25336.

Чашки Петрі ЧБН-2 — згідно з ГОСТ 25336.

Фільтри з фільтрувального паперу — згідно з ГОСТ 12026, діаметром (160 ± 2) мм.

Ефір діетиловий фармакопейний перегнаний за температури 34,5 °С, заздалегідь висушений над CaCl₂ або Na₂SO₄.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733.

5.11.3 Правила готування до випробовування

Склянку з вміщеним всередину фільтром сушать 2 год за температури 120 °С в сушильній шафі, охолоджують в ексикаторі протягом 40 хв, зважують і записують результат в грамах до третього десяткового знака.

Фільтр із склянки пінцетом виймають у чашку Петрі з накривкою, зважують пусту склянку і записують результат в грамах до третього десяткового знака.

5.11.4 Методика та правила випробовування

У зважену склянку із записаним результатом в грамах до третього десяткового знака зважують близько 3 г маргарину. Склянку з маргарином ставлять на електроплитку за температури від 160 °С до 180 °С і визначають масову частку води і летких речовин в маргарині відповідно до 5.4.

Потім у цю саму склянку по стінках доливають 50 см³ ефіру так, щоб змити зі стінок склянки краплі жиру, що залишилися на ній, вміст добре перемішують колесними рухами і залишають до повного відстоювання.

Прозорий розчин, що відстоявся, обережно зливають через лійку із попередньо висушеним фільтром в колбу, залишаючи невелику кількість ефіру над осадом.

Осад промивають три—чотири рази, кожен раз після відстоювання зливаючи ефірний шар через фільтр. Для кожного промивання беруть близько 30 см³ ефіру. У разі наявності слідів жиру на фільтрі, його промивають окремо — до повного знежирювання. Далі фільтр переносять в склянку із знежиреним залишком і висушують у сушильній шафі за температури від 100 °С до 105 °С до постійної маси, зважують і записують результат в грамах до третього десяткового знака.

5.11.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку жиру (X_4), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_4 = 100 - (X_1 + X_5) \quad (4)$$

де X — масова частка води і летких речовин, % обчислена відповідно до 5.4.5;

X_5 — масова частка сухого знежиреного залишку, %.

Масову частку сухого знежиреного залишку (X_5), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_5 = 100 \frac{m_1 - m_2}{m}, \quad (5)$$

де m_1 — маса склянки з осадом і фільтром зі слідами сухого знежиреного залишку, г;

m_2 — маса порожньої склянки з фільтром, г;

m — маса наважки маргарину, г.

За результат випробовувань беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 0,4 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.11.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів відповідно до 5.4.6

5.12 Визначання вмісту жиру в маргарині методом екстрагування в апараті Сокслета

Метод застосовують у разі виникнення розбіжностей в оцінюванні якості продукції.

5.12.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 20 % до 85 %.

5.12.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує похибку у підтримуванні температури не більше ніж 3 °С.

Насадки скляні лабораторні для екстрагування (апарат Сокслета) — згідно з чинним нормативним документом.

Баня водяна або повітряна з паровим обігрівом.

Скло годинникове.

Ефір діетиловий, висушений над прожареним CaCl_2 або Na_2SO_4 і перегнаний за температури від 34 °С до 36 °С.

Папір фільтрувальний — згідно з ГОСТ 12026, знежирений екстрагуванням протягом (2—3) год у апараті Сокслета.

Вата медична гігроскопічна, знежирена екстрагуванням протягом (2—3) год у апараті Сокслета.

Натрій сірчаноокислий безводний — згідно з ГОСТ 4166.

5.12.3 Правила готування до випробовування

Для проведення екстрагування із смуги фільтрувального паперу розміром 10 см × 48 см готують патрон. Для цього на дерев'яну болванку діаметром від 25 мм до 26 мм намотують фільтрувальний папір. Край паперу, що виступає над кінцем болванки, підгортають складками по мірі намотування на болванку для утворення денця патрона, потім патрон знімають з болванки і на дно його кладуть шматочок вати.

5.12.4 Методика та правила випробовування

Для проведення визначання зважують маргарин за різницею ($5 \pm 0,0002$) г у порцелянову ступку, змішують з 15 г прожареного за температури (100 ± 5) °С до постійної маси сірчаноокислого натрію і шпателем переносять в патрон. Ступку і шпатель за допомогою пінцета протирають декілька разів ватою, спочатку сухою, потім змоченою ефіром: всю вату поміщають у той самий патрон. Краї патрона загортають і поміщають в екстрактор. До екстрактора приєднують чисту висушену до постійної ваги за температури від 100 °С до 105 °С та зважену після охолодження колбу. Через холодильник за допомогою маленької лійки в екстрактор наливають стільки діетилового ефіру, щоб розчинник перелився в колбу, і потім додають ще невеликий надлишок розчинника.

Колбу зібраного апарата нагрівають на водяній або повітряній бані з паровим обігрівом, що забезпечує спокійне кипіння ефіру (7—8 сифонувань за 1 год).

Через 3 год перевіряють завершеність екстрагування. Для цього охолоджують колбу, швидко від'єднують її від екстрактора і наносять 1—2 краплі ефіру з нижнього кінця сифона екстрактора на чисте годинникове скло або шматочок фільтрувального паперу. Екстрагування вважають закінченим, якщо після випаровування ефіру на склі або папері не залишається масляної плями.

Після закінчення екстрагування апарат розбирають, виймають патрон, колбу знову приєднують до екстрактора і відганяють розчинник з колби в екстрактор. Колбу із жиром, після відганяння розчинника, сушать в сушильній шафі протягом 2 год за температури від 100 °С до 105 °С. Подальші зважування проводять через кожні 30 хв сушіння до постійної маси. Постійна маса вважається досягнутою, якщо різниця між двома подальшими зважуваннями не перевищує 0,0004 г. У разі збільшення маси беруть дані попереднього зважування.

5.12.5 Щоб визначити масову частку жиру в маргарині з вмістом жиру меншим ніж 40 %, допустимо використовувати наважку маргарину після визначання в ній масової частки вологи відповідно до 5.6. У цьому разі вміст бюкси кількісно переносять в патрон (без використання сірчанокислого натрію) і далі аналізують відповідно до 5.12.4.

5.12.6 Правила опрацювання результатів

Вміст жиру (X_6), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

де m_1 — маса колби з висушеним жиром, г;

m_2 — маса пустої колби, г;

m — маса наважки маргарину, г.

За кінцевий результат беруть середнє арифметичне двох паралельних визначань.

Розходження між паралельними визначаннями повинно бути не більше ніж 0,5 %.

5.13 Прискорений метод визначання масової частки жиру в маргарині за допомогою розрахунків

Масову частку жиру (X_7), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_7 = 100 - (X_1 + X_2 + a + 0,05b + c + d + e) \quad (7)$$

де X_1 — масова частка вологи і летких речовин, %;

X_2 — масова частка солі, %;

a — масова частка цукру, %;

b — масова частка сухої знежиреної речовини молока, %;

c — масова частка сухої знежиреної речовини какао-порошку, %;

d — масова частка сухої знежиреної речовини вершкового масла, %;

e — сухі стабілізаторні системи, %.

Значення X_1 , X_2 , a , b , c , d — згідно з даними лабораторії, e — згідно з даними виробника.

Округлення результатів проводять до першого десяткового знака.

5.14 Визначання масової частки жиру в жирах кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості

Масову частку жиру (X_8), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_8 = 100 - X_1, \quad (8)$$

де X_1 — масова частка вологи і летких речовин в жирах, %.

5.15 Визначання температури плавлення жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості і жиру, виділеного з маргарину

5.15.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують у інтервалі вимірювань від 20 °С до 50 °С.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань ± 1 °С за довірчої імовірності 0,95.

5.15.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Капіляри з тонкого скла, відкриті з обох кінців (внутрішній діаметр від 1 мм до 1,2 мм, довжина від 50 мм до 60 мм, товщина стінок від 0,2 мм до 0,3 мм.

Склянки В-1-50, В-1-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Термометри рідинні скляні — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 0,1 °С і 1 °С, які дають змогу міряти температуру в інтервалах від 0 °С до 50 °С і від 0 °С до 100 °С відповідно.

Плитка електрична побутова закрита — згідно з ГОСТ 14919.

Мішалка механічна або електромагнітна.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.15.3 Правила готування до випробування

Жир або маргарин, з яких видалена волога (в цьому випадку можна використати жир, одержаний під час видалення вологи), розплавляють за температури не вищої ніж 100 °С в чистій сухій склянці місткістю 50 см³, фільтрують (за необхідності) і набирають у два скляних капіляри, торкаючись одним з кінців капіляра до поверхні розплавленого жиру.

Висота стовпчика жиру в капілярі повинна бути близько 10 мм.

Капіляри з жиром вміщують горизонтально на поверхні кювети з льодом і витримують для застигання за температури (0 ± 1) °С не менше ніж 10 хв.

5.15.4 Методика та правила випробування

Заповнений капіляр прикріплюють до термометра за допомогою тонкого гумового кільця таким чином, щоб стовпчик жиру перебував на одному рівні з ртутною кулькою термометра, а сам капіляр займав би вертикальне положення.

Термометр з прикріпленим до нього капіляром занурюють в склянку зі здистильованою водою, що має температуру від 15 °С до 18 °С, на таку глибину, щоб капіляр був занурений у воду на (3—4) см, а його нижня основа була на відстані від 3 см до 4 см від дна склянки, і стежать за тим, щоб у вільний кінець капіляра не потрапляла вода.

Воду в склянці під час безперервного перемішування нагрівають спочатку зі швидкістю 2 °С за хвилину, а потім, у разі наближення до температури плавлення за температури від 3 °С до 4 °С до неї — швидкість нагрівання зменшують до 1 °С за хвилину.

За температуру плавлення вважають таку температуру, за якої жир у капілярі починає підійматися.

За результат випробування беруть середнє арифметичне двох паралельних визначань.

Розходження, допустимі між паралельними визначаннями, не повинні перевищувати 2,3 °С.

Обчислення проводять і записують результат до першого десяткового знака з подальшим округлюванням до цілих чисел.

5.15.5 У разі застосування методу від 20 °С і нижче

5.15.5.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали відповідно до 5.15.2

5.15.5.2 Правила готування до проведення випробування

Жир або маргарин, з яких видалена волога (у цьому випадку може бути використаний жир, одержаний під час видалення вологи), розплавляють за температури не вищої ніж 100 °С в чистій сухій склянці місткістю 50 см³, фільтрують (за необхідності) і набирають в два скляних капіляри, торкаючись одним з кінців капіляра до поверхні розплавленого жиру.

Висота стовпчика жиру в капілярі повинна бути близько 10 мм.

Капіляри з жиром поміщають горизонтально на поверхні кювети з льодом і витримують для застигання за температури (0 ± 1) °С не менше ніж 8 год.

5.15.5.3 Методика та правила випробування

Заповнений капіляр прикріплюють до термометра за допомогою тонкого гумового кільця таким чином, щоб стовпчик жиру перебував на одному рівні з ртутною кулькою термометра, а сам капіляр займав би вертикальне положення.

Термометр з прикріпленим до нього капіляром занурюють у склянку з сумішшю здистильованої води з льодом, що має температуру від 0 °С до 4 °С, на таку глибину, щоб капіляр був занурений у воду на (3—4) см, а його нижня основа перебувала на відстані від 3 см до 4 см від дна склянки, і стежать за тим, щоб у вільний кінець капіляра не потрапляла вода.

Воду в склянці під час безперервного перемішування нагрівають спочатку зі швидкістю 2 °С за хвилину, а потім, у разі наближення до температури плавлення — за температури від 3 °С до 4 °С до неї — швидкість нагрівання зменшують до 1 °С за хвилину.

За температуру плавлення вважають таку температуру, за якої жир в капілярі починає підійматися.

За результат випробовування беруть середнє арифметичне двох паралельних визначань. Розходження, допустимі між паралельними визначаннями, не повинні перевищувати 2,3 °С. Обчислення проводять і записують результат до першого десяткового знака з подальшим округлюванням до цілих чисел.

5.15.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.16 Визначання температури застигання жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості

5.16.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі від 0 °С до 50 °С.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,23 °С за довірчої імовірності 0,95.

5.16.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Прилад Жукова (рисунок В.1).

Термометр для визначання в'язкості — згідно з ГОСТ 400, № 1.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 1 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 50 °С до 70 °С.

Секундомір — згідно з [2] або [3].

Чашка ЧКЦ-1-1000 або ЧКЦ-2-1000 — згідно з ГОСТ 25336.

Склянки В-1-100, В-1-150, В-1- 250 або В-1-400 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Штатив лабораторний.

5.16.3 Правила готування до випробовування

У чистій сухій склянці розплавляють від 50 г до 60 г жиру за температури від 55 °С до 60 °С і фільтрують його.

5.16.4 Методика та правила випробовування

Температуру застигання жирів визначають за допомогою приладу Жукова, який являє собою дьюаровську посудину з прозорого скла. Розміри і зовнішній вигляд приладу вказані на рисунку В.1.

Розплавлений жир наливають в прилад Жукова на 3/4 об'єму. Прилад закривають корком, через який проходить термометр, згідно з ГОСТ 400, встановлений таким чином, щоб ртутна кулька перебувала приблизно в середині маси жиру.

Прилад поміщають у кристалізаційну чашку з водою, що має постійну температуру, яка на (3—4) °С нижча ніж передбачувана температура застигання жиру.

Легким періодичним струшуванням приладу і постійним обертанням термометра перемішують розплавлений жир до появи ясно вираженої каламутності, потім прилад стійко укріплюють в штативі, після чого жиру дають вихолоннути без перемішування і записують змінення температури через кожну хвилину.

Температурою застигання вважають ту, під час якої затримується падіння ртутного стовпчика, або максимальну температуру, до якої підіймається стовпчик ртуті в термометрі, якщо після зниження температури буде знову спостерігатися деяке її підвищення.

5.16.5 Правила опрацювання результатів

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань. Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 0,5 °С.

Обчислення проводять і записують результат до першого десяткового знака з подальшим округлюванням до цілих чисел.

5.16.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.17 Визначання твердості кондитерського жиру для шоколадних виробів, цукерок, а також саломасу марки 5

5.17.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 500 г/см до 1000 г/см.

Межа можливих значень відносної похибки вимірювань $\pm 13\%$ (відн.) за довірчої імовірності 0,95.

5.17.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Твердомір Камінського або інші модифікації аналогічних приладів для визначання твердості, підготовлені згідно з інструкцією і методикою визначання (рисунок Г.1).

5.17.3 Правила готування до випробовування

Калібрування приладу (градування), проводять згідно з інструкцією до нього та методикою повірвання.

Вставляють рамку в кювету і заповнюють її розплавленим випробовуваним жиром, який має температуру $(50 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Потім повільно (щоб вийшло повітря) занурюють у жир дві пронумеровані капсули отворами вгору. Заповнену кювету поміщають в суміш льоду і води (за температури $0 ^\circ\text{C}$), так, щоб вода не потрапила у жир. Через 30 хв, коли жир застигне, виймають кювету з охолоджувальної суміші і занурюють на декілька секунд в склянку з гарячою водою від $50 ^\circ\text{C}$ до $70 ^\circ\text{C}$. Потім, притримуючи лівою рукою кювету, а правою рукою дужку рамки, відокремлюють кювету від рамки. Після цього капсули виймають із рамки, очищують ножом їх зовнішні стінки від частинок жиру, що пристали, і поміщають на 20 хв у суміш льоду з водою, а потім на 1 год у воду за температури $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

5.17.4 Методика та правила випробовування

Термостатовану капсулу вміщують у гніздо охолоджувальної камери приладу 6 (рисунок Г.1), через яку безперервно пропускають водопровідну воду (за температури навколишнього повітря нижчої ніж $20 ^\circ\text{C}$ пропускати воду не треба). Відкривають водопровідний кран і через напірний бачок 3 починають подавати воду, зливаючи надлишок через зливну трубку.

Правою рукою натискають на важіль, що підіймає шток напірного бачка 3, який затримують клямкою, а лівою рукою виводять аретир 2, у цьому разі вода з напірного бачка починає поступати в приймач 4. В момент прорізання жиру дротом завтовшки $0,25$ мм коромисло 1 з різальним пристроєм 5 і приймачем починає опускатися. Коли стрілка пройде середній розподіл шкали 7, ланцюжок потягне за спускний важіль, останній змістить в сторону клямку і шток, що звільнився, впаде, закривши отвір, через який вода поступала в приймач.

Коромисло 1 підіймають і, закріпивши його аретиром, відраховують кількість мілілітрів води, що зібралася у вимірювальній трубці, після чого знаходять у поградуваній таблиці визначену твердість жиру.

Відкривають кран приймача і випускають воду до нульового положення у вимірювальній трубці, після чого прилад готовий для наступного визначання.

5.17.5 Правила опрацювання результатів

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань. Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 9% (відн.).

Обчислювання проводять з точністю до 10 г/см з подальшим округлюванням результату до значень, що кратні 50 .

5.17.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.18 Визначання твердості жирів за винятком кондитерського жиру для шоколадних виробів, цукерок, а також саломасу марки 5

5.18.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують для вимірювань в інтервалі від 30 г/см до 900 г/см.

Межа можливих значень відносної похибки вимірювань $\pm 24\%$ за довірчої імовірності $0,95$.

5.18.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали відповідно до 5.17.2.

5.18.3 Правила готування до проведення випробовування (для вимірювань в інтервалі від 30 г/см до 500 г/см).

Вставляють рамку в кювету і заповнюють останню розплавленим жиром, що має температуру $(50 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Потім повільно, щоб вийшло повітря, занурюють в жир дві пронумеровані капсули (отворами догори). Заповнену кювету поміщають в суміш льоду і води (температура $0 ^\circ\text{C}$),

так, щоб вода не потрапила у жир. Через 15 хв, коли жир застигне, виймають кювету з охолоджувальної суміші і занурюють на декілька секунд в склянку з гарячою водою за температури від 50 °С до 70 °С. Потім, притримуючи лівою рукою кювету, а правою — дужку рамки, відокремлюють кювету від рамки. Після цього капсули виймають з рамки, очищують ножем їхні зовнішні стінки від частинок жиру, що пристали, і поміщають на 20 хв у суміш льоду з водою, а потім на 1 год у воду за температури (15 ± 2) °С.

5.18.4 Правила готування до випробовування (для вимірювань в інтервалі від 500 г/см до 900 г/см)

Вставляють рамку в кювету і заповнюють останню розплавленим жиром, що має температуру (50 ± 2) °С. Потім повільно, щоб вийшло повітря, занурюють в жир дві пронумеровані капсули (отворами догори). Заповнену кювету поміщають в суміш льоду і води (температура 0 °С), так, щоб вода не потрапила у жир. Через 10 хв, коли жир застигне, виймають кювету з охолоджувальної суміші і занурюють на декілька секунд в склянку з гарячою водою за температури від 50 °С до 70 °С. Потім, притримуючи лівою рукою кювету, а правою — дужку рамки, відокремлюють кювету від рамки. Після цього капсули виймають з рамки, очищують ножем їхні зовнішні стінки від частинок жиру, що пристали, і вміщують на 20 хв у суміш льоду з водою, а потім на 1 год у воду за температури (15 ± 2) °С.

5.18.5 Методика та правила випробовування

Випробовування проводять відповідно до 5.17.4.

5.18.6 Правила опрацювання результатів

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустимі між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 17 % (відн). Обчислювання проводять з точністю до 10 г/см.

5.19 Визначання твердості маргарину

5.19.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 20 г/см до 120 г/см.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань ± 5 г/см за довірчої імовірності 0,80.

5.19.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Твердомір Камінського або інші модифікації приладів для визначання твердості — згідно з інструкцією і методикою визначання.

5.19.3 Правила готування до випробовування

Брусок маргарину витримують за кімнатної температури або у холодильнику до досягнення ним температури 15 °С. Потім дві пронумеровані капсули приладу для визначання твердості жирів вдавлюють в брусок, виймають їх і обережно ножем очищують зовнішні стінки капсул від частинок маргарину, що пристали. Заповнені капсули поміщають на 0,5 год у воду, що має температуру 15 °С.

5.19.4 Методика та правила випробовування

Визначання твердості маргарину проводять відповідно до 5.17.4.

5.19.5 Правила опрацювання результатів

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 10 г/см. Обчислення проводять з точністю до 10 г/см.

5.19.6 Правила оформлення результатів

Правила оформлення результатів — відповідно до 5.4.6

5.20 Визначання масової частки кухонної солі в маргарині методом титрування

5.20.1 Норми точності вимірювання

Метод застосовують для вимірювань в інтервалі від 0 % до 1,5 %.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,01 % за довірчої імовірності 0,95.

5.20.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг.

Баня водяна.

Плитка електрична побутова — згідно з ГОСТ 14919.

Піпетки 2,3,6-2-10 або 7,2-2-50 або 3-2-50 — згідно з ГОСТ 29227.

Лійка лабораторна В-56-80, В-75-110, В-75-140, В-75-170, В-100-150 або В-100-200 — згідно з ГОСТ 25336.

Колби конічні Кн-1-250 або Кн-2-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Бюретка 1- 2-10-0,01; 2-2-10-0,01; 3-2-10-0,01; 1-2-25-0,01; 2-2-25-0,01 або 3-2-25-0,01 — згідно з ГОСТ 29251.

Скло годинникове.

Калій хромовокислий — згідно з ГОСТ 4459, водний розчин з масовою часткою 10 %.

Срібло азотнокисле — згідно з ГОСТ 1277, розчин концентрації $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.) готують — згідно з ГОСТ 25794.3 (із зменшенням наважки AgNO_3 з 17 г до 8,5 г).

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.20.3 Методика та правила випробовування

У конічну колбу зважують близько 5 г маргарину, записують результат до другого десяткового знака і підливають піпеткою 50 см³ здистильованої води. Колбу закривають годинниковим склом. Вміст колби поміщають в попередньо доведену до кипіння водяну баню (нагрівання припинити) і витримують 7 хв або нагрівають на електроплитці до температури близько 90 °С. Потім енергійно збовтують, охолоджують 20 хв і фільтрують через вологий фільтр.

У конічну колбу піпеткою відбирають 10 см³ фільтрату, додають три краплі розчину хромовокислого калію (K_2CrO_4) і титрують розчином азотнокислого срібла (AgNO_3) до появи слабкого цегляно-червоного кольору.

5.20.4 Правила опрацювання результатів

Масову частку кухонної солі (X_9), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_9 = 100 \cdot \frac{V \cdot 0,0029 \cdot V_1 \cdot K}{m \cdot V_2}, \quad (9)$$

де V — кількість розчину азотнокислого срібла молярною концентрацією $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.);

V_1 — об'єм витяжки, що приготовлена з наважки, см³;

V_2 — об'єм витяжки, взятої на титрування, см³;

K — коефіцієнт поправки титру азотнокислого срібла молярною концентрацією $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.);

0,0029 — титр розчину азотнокислого срібла молярною концентрацією $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³, в перерахунку на хлорид натрію;

m — маса наважки маргарину, г.

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 0,03 %.

Обчислення проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.20.5 Правила оформлення результатів

Правила оформлення результатів — відповідно до 5.4.6

Примітка. Допустиме визначання масової частки кухонної солі методом титрування (Codex Stan 32-1981) згідно з додатком Б.

5.21 Визначання масової частки кухонної солі в маргарині методом спалювання**5.21.1 Норми точності вимірювання**

Метод застосовують для вимірювання в інтервалі від 0 % до 1,5 %.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,03 % за довірчої імовірності 0,95.

5.21.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г.

Тиглі порцелянові — згідно з ГОСТ 9147, високі, № 4.

Ексикатор 2-190 або 2-250 — згідно з ГОСТ 25336, заповнений заздалегідь висушеним хлоридом кальцію.

Піч муфельна.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733.

Фільтри беззольні діаметром 12,5 см.

5.21.3 Правила готування до випробовування

Нові тиглі прожарюють в муфельній печі за температури 700 °С протягом 2 год, після чого охолоджують в ексикаторі 2 год.

5.21.4 Методика та правила випробовування

У попередньо прожарений і охолоджений тигель зважують на вагах від 3 г до 4 г маргарину і записують результат у грамах до третього десяткового знака. Туди саме поміщають 1/4 стандартного беззольного фільтра. Після чого тигель з наважкою і фільтром переносять в холодну піч і нагрівають до температури від 700 °С до 800 °С протягом 1,5 год. Потім піч вимикають і тигель витримують за цієї температури ще 20 хв. Після чого його охолоджують 1,5 год у ексикаторі.

Під час спалювання маргарину залишається білий осад солі.

Після закінчення охолодження тигель з осадом зважують і записують результат в грамах до третього десяткового знака.

5.21.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку кухонної солі (X_{10}), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_{10} = 100 \frac{m_2 - m_1}{m}, \quad (10)$$

де m_1 — маса пустого тигля, г;

m_2 — маса тигля з осадом, г;

m — маса наважки маргарину, г.

За результат випробовування беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Допустимі розходження між паралельними визначаннями не повинні перевищувати 0,06 %. Обчислювання проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

5.21.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — згідно з 5.4.6

5.22 Визначання тривкості рідкого маргарину

Показником тривкості маргарину є кількість жиру, що виділився з рідкого маргарину внаслідок механічного впливу (під час центрифугування).

5.22.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Пробірки П-1-10-0,1 ХС — згідно з ГОСТ 1770.

Центрифуга з частотою обертання не менше ніж 1500 об/хв — згідно з чинними нормативними документами.

5.22.2 Методика та правила випробовування

Пробірку заповнюють рідким маргарином до верхньої поділки, потім вміщують у центрифугу і центрифугують з частотою обертання 1500 об/хв протягом 5 хв, після чого спостерігають руйнування рідкого маргарину і відраховують кількість жиру, що виділився, у кубічних сантиметрах.

5.22.3 Правила опрацювання результатів

Тривкість рідкого маргарину (X_{11}), у відсотках, жиру, що виділився, обчислюють за формулою:

$$X_{11} = P \cdot 10, \quad (11)$$

де P — об'єм жиру, см³.

5.22.4 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6

5.23 Визначання масової частки твердих тригліцеридів методом імпульсного ядерного магнітного резонансу

Визначання масової частки твердих тригліцеридів методом імпульсного ядерного резонансу проводять згідно з ДСТУ ISO 8292 «Жири і олії тваринні і рослинні. Визначання вмісту твердого жиру. Метод імпульсного ядерного магнітного резонансу»

5.24 Визначання масової частки твердих тригліцеридів в жирі, виділеному з маргарину дилатометричним методом**5.24.1 Норми точності вимірювання**

Метод застосовують в інтервалі вимірювань від 5 % до 50 %.

Межа можливих значень абсолютної похибки вимірювань 0,8 % за довірчої імовірності 0,95.

5.24.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Дилатометри скляні (рисунок Д.1).

Склянки В-1-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Піпетки 1-2-3, 2-2-2, 3-2-2, 4-2-2, 5-2-2, 6-2-5 або 7-2-5 — згідно з ГОСТ 29169.

Колби конічні Кн-1-250 мул Кн-2-250 — згідно з ГОСТ 25336.

Лійки лабораторні В-75-100, В-75-140, В-75-170 або В-100-150 — згідно з ГОСТ 25336.

Колби для переганяння КП-1-100-29/32 ТС або КП-2-100-29 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Термометри рідинні скляні — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки 0,1 °С і 1°С, які дають змогу міряти температуру в інтервалах від 0 °С до 70 °С та від 100 °С до 120 °С.

Баня водяна.

Баня з охолоджувальною сумішшю (вода і лід).

Ультратермостат марок ТС-15, Т-16 і інші аналогічного типу (U-10, U-3), які забезпечують підтримку постійної температури з точністю $\pm 0,1$ °С.

Вакуум-помпа, що забезпечує отримання тиску від $6,65 \cdot 10^2$ Па до $13,3 \cdot 10^2$ Па.

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує підтримку температури (110 ± 10) °С.

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 3-го класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг.

Плитка електрична побутова — згідно з ГОСТ 14919.

Папір фільтрувальний — згідно з ГОСТ 12026.

Корки коркові закупорювальні — згідно з ГОСТ 5541 або **корки гумові конусні** — згідно з нормативними документами.

Калію гідроксид — згідно з ГОСТ 24363 або **натрію гідроксид** — згідно з ГОСТ 4328, розчин з масовою часткою 30 %.

Хромова суміш (кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204–77, густиною 1,84 г/см³ і калій двохромовокислий — згідно з ГОСТ 4220).

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ГОСТ 18300.

Барвник водорозчинний метиленовий блакитний.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Склянки В-1-100, В-1-150 — згідно з ГОСТ 25336.

5.24.3 Правила готування до випробовування**5.24.3.1 Готування хромової суміші**

Наважку масою 10 г двохромовокислого калію, роздрібненого в порошок, додають в порцелянову чашку з 100 см³ сірчаної кислоти; суміш обережно нагрівають на водяній бані до повного розчинення порошку.

5.24.3.2 Готування дилатометра

Дилатометри перед кожним визначанням миють теплою мильною водою, занурюють їх в лужний розчин з масовою часткою 30 %, потім ретельно відмивають від лугу, промивають хро-

мовою сумішшю, відмивають до нейтральної реакції водою, обполіскують послідовно здистильованою водою і спиртом, потім сушать за температури від 100 °С до 120 °С.

5.24.3.3 Готування рідини для створювання гідралічного затвору

Здистильовану воду у склянці забарвлюють барвником і кип'ятять протягом 10 хв, після чого охолоджують під струменем холодної води до кімнатної температури, не збовтуючи.

На дно ретельно вимитого і висушеного дилатометра підливають, не змочуючи стінок, 1,5 см³ охолодженої забарвленої рідини, дилатометр закривають корком, зважують і записують результат до другого десяткового знака.

5.24.3.4 Виділення жиру з маргарину

Наважку маргарину масою від 40 г до 50 г розплавляють за температури від 40 °С до 50 °С у хімічній склянці на водяній бані і фільтрують через складчастий фільтр. Приступають до випробовування, якщо відфільтрований жир буде прозорий. У разі наявності в жири каламуті його фільтрують вдруге.

Допустиме виділення жиру згідно з 5.25.

Жир вміщують в колбу для переганання, щільно закривають гумовим корком і піддають деаерації на киплячій водяній бані за тиску від $6,65 \cdot 10^2$ Па до $13,3 \cdot 10^2$ Па протягом 15—20 хв, після чого дилатометр заповнюють жиром.

5.24.4 Методика та правила випробовування

У підготовлений дилатометр доливають обережно жир по стінці до верхньої межі шліфа. Дилатометр закривають притертим корком так, щоб в жир не потрапили бульбашки повітря, і регулюють рух забарвленої рідини обережним введенням корка у дилатометр і притримуванням злегка (вказівним пальцем лівої руки) відкритого кінця капіляра.

Дилатометр ретельно витирають, зважують, записують результат до другого десяткового знака і визначають наважку жиру за різницею маси. Притертий корок дилатометра закріплюють гумкою, натягуючи її на спеціальні утримувачі на корку та корпусі дилатометра.

Заповнений дилатометр вміщують в ультратермостат з водою, що нагріта до 50 °С, і витримують за цієї температури до встановлювання постійного рівня забарвленої рідини (10 хв), потім записують рівень забарвленої рідини і занурюють дилатометр в охолоджувальну баню на 15 хв. Потім дилатометр переносять в ультратермостат з температурою 20 °С, витримують до встановлювання постійного рівня (20 хв), і записують рівень забарвленої рідини. Після цього дилатометр переносять в ультратермостат з водою, що нагріта до 50 °С. У разі правильного заповнювання дилатометра рівень забарвленої рідини в капілярі повинен співпасти з первинним за цієї самої температури.

5.24.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку твердих тригліцеридів (X_{12}), у відсотках, за заданої температури, обчислюють за формулою:

$$X_{12} = \frac{a-b}{m} - 0,83 \cdot (t_1 - t_2), \quad (12)$$

де a — рівень забарвленої рідини за температури 50 °С;

b — рівень забарвленої рідини за температури 20 °С;

m — маса наважки жиру, г;

0,83 — величина температурного розширювання 1 г жиру під час нагрівання на 1 °С, мм³;

t_1 — початкова температура (50 °С);

t_2 — задана температура жиру, за якої визначають вміст твердих тригліцеридів (20 °С).

За результат випробовування беруть середнє арифметичне двох паралельних визначань.

Розходження, допустиме між паралельними визначаннями, не повинно перевищувати 1 %.

Обчислювання проводять із записом результату до першого десяткового знака з подальшим округлюванням до цілих чисел.

5.24.6 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів відповідно до 5.4.6

5.25 Визначання пероксидного числа жирів кондитерських, кулінарних, хлібопекарських та для молочної промисловості і жиру, виділеного з маргарину**5.25.1 Норми точності вимірювання**

Норми точності вимірювання — згідно з ДСТУ ISO 3960, або ГОСТ 26593.

5.25.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали — згідно з ДСТУ ISO 3960

5.25.3 Правила готування до випробовування

Готують випробовування за двома варіантами:

5.25.3.1 Пробу маргарину масою від 50 г до 60 г розплавляють у склянці на водяній бані або у сушильній шафі за температури (60 ± 10) °С, витримують за цієї температури до повного розшарування. Щоб швидше зруйнувалась емульсія, допустимо додавати до проби від 1 г до 2 г кухонної солі. Склянку з корком вміщують у холодильник до повного застигання жиру. Застиглий жир виймають, підсушують між двома шарами фільтрувального паперу і відбирають із нього проби для вимірювання.

5.25.3.2 Пробу маргарину масою від 50 г до 60 г розплавляють у склянці на водяній бані або у сушильній шафі за температури (60 ± 10) °С. Щоб швидше зруйнувалась емульсія, допустимо додавати до проби від 1 г до 2 г кухонної солі. Потім емульсію переносять у скляну центрифужну пробірку. Розшарування емульсії проводять на лабораторній центрифугі за 1500 об/хв. протягом 10—15 хв. Пробірку вміщують у холодильник до повного застигання жиру. Застиглий жир виймають, підсушують між двома шарами фільтрувального паперу і відбирають із нього проби для вимірювання.

5.25.4 Методика та правила випробовування

Методика та правила випробовування — згідно з ДСТУ ISO 3960 або ГОСТ 26593

5.25.5 Правила опрацювання та оформлювання результатів

Правила опрацювання та оформлювання результатів проводять згідно з ДСТУ ISO 3960.

5.26 Визначання масової частки лінолевої кислоти

Визначають масову частку лінолевої кислоти згідно з ГОСТ 30418 або ГОСТ 30623 з таким доповненням.

5.26.1 Правила опрацювання результатів

Розраховують вміст метилових ефірів жирних кислот жирової основи маргарину методом внутрішньої нормалізації. Площі піків (S_i) кожного компонента обчислюють за формулою:

$$S_i = h_i \cdot a_i \quad (13)$$

де h_i — висота піка, мм;

a_i — ширина піка, якого вимірюють на половині висоти, мм.

Суму площ піків беруть за 100 %.

Масову частку лінолевої кислоти X_{14} , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_{14} = \frac{S_1 \cdot 100}{\sum S_i}, \quad (14)$$

де S_1 — площа піка метиллінолеату, мм²;

$\sum S_i$ — сума площ усіх піків на хроматограми, мм².

За кінцевий результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань.

Обчислювання проводять до другого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до першого десяткового знака.

Для обчислювання хроматограми можна використовувати інтегровальний прилад.

5.27 Метод визначання рН водної або водно-молочної фази маргарину

5.27.1 Вимірювання рН

Границя допустимої абсолютної похибки вимірювання рН $\pm 0,3$ одиниць рН за довірчої імовірності 0,95.

5.27.1.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

рН-метр лабораторний (іонометр), наприклад, рН-метр-мілівольтметр рН-340, з границями вимірювання від 0 до 14 одиниць рН з ціною поділки шкали 0,01 або 0,05 одиниць.

Шафа сушильна лабораторна з терморегулятором, що забезпечує підтримання температури від 40 °С до 45 °С.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498 або іншим чинним нормативним документом, з ціною поділки від 1 °С до 2 °С, який дає змогу міряти температуру в інтервалі від 0 °С до 50 °С.

Склянка Н-1(2)-50 ТС та Н-1-150 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Папір фільтрувальний — згідно з ГОСТ 12026.

5.27.1.2 Умови вимірювання

Температура в приміщенні повинна бути (20 ± 2) °С.

Експлуатують рН-метри згідно з інструкцією або паспортом до цих приладів.

5.27.1.3 Правила готування до випробовування

Наважку маргарину (100 ± 5) г у склянці вміщують у сушильну шафу за температури від 55 °С до 60 °С і витримують до повного розшаровування.

Верхній жировий шар зливають і склянку вміщують у холодильник до застигання жиру, який залишився на поверхні. Застиглий жир обережно усувають за допомогою скляної палички.

Для наступних вимірювань використовують водну або водно-молочну фазу, яка залишилася у склянці.

5.27.1.4 Методика та правила випробовування

У склянку відбирають пробу водної або водно-молочної фази. Опускають електроди і термометр. Тумблер на лицьовій панелі приладу «температура розчину» встановлюють на значенні температури проби (20 ± 1) °С.

Відлік величини рН на шкалі приладу слід проводити після того, як показники набудуть постійного значення. Тривалість устанавлювання — близько 5 хв.

Після закінчення вимірювання електроди промивають здистильованою водою і за допомогою фільтрувального паперу збирають краплі води.

5.27.1.5 Правила опрацювання результатів

За остаточний результат вимірювання беруть середнє арифметичне значення результатів двох паралельних вимірювань, розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,2 одиниці рН за довірчої імовірності 0,95.

Розбіжність між результатами вимірювань, отриманих за різних умов (у різний час, із застосуванням іншої апаратури, у різних лабораторіях) не повинно перевищувати 0,4 одиниці рН за довірчої імовірності 0,95.

Обчислювання проводять до другого десяткового знака з наступним заокруглюванням до першого десяткового знака.

5.28 Методи визначання масових часток консервантів в маргарині

5.28.1 Визначання масової частки бензойної кислоти

5.28.1.1 Норми точності вимірювання

Метрологічні характеристики методу за довірчої імовірності 0,95 наведені у таблиці 1.

Таблиця 1

Діапазон визначання масової частки, %	Відносна похибка $\pm \delta$, %	Відносна розбіжність між результатами паралельних вимірювань, %	Відносна розбіжність між результатами вимірювань, які одержані в різних умовах, %
Від 0,05 до 0,10 включ.	7	10	20
Від 0,10 до 0,20 включ.	4	6	12

5.28.1.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г.

Баня водяна, інтервал температур від 40 °С до 50 °С.

Плитка електрична — згідно з ГОСТ 14919, закритого типу.

Колба К-1-250-29/32 — згідно з ГОСТ 25336.

Лійка ВД-1-500 — згідно з ГОСТ 25336.

Колба 2-250-2 — згідно з ГОСТ 1770.

Лійка лабораторна В-25-38 ХС або В-36-5 ХС — згідно з ГОСТ 25336.

Піпетки 1-2-1 — згідно з ГОСТ 29169

Циліндр 1-100 або 3-250 — згідно з ГОСТ 1770.

Папір фільтрувальний — згідно з ГОСТ 12026.

Бюретка 1-1- 2-10-0,05 — згідно з ГОСТ 29251.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Фенолфталеїн, спиртовий (96 % об.) розчин з масовою часткою індикатору 1 %.

Метилоранж, водний розчин з масовою часткою індикатору 0,1 %.

Ефір етиловий очищений [4] або ефір медичний [5].

Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ГОСТ 18300, водний розчин з масовою часткою 85 %.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, ч., ч.д.а.

Цинк сірчаноокислий ч., ч.д.а., водний розчин з масовою часткою 30 %.

Калій залізистосинеродистий — згідно з ГОСТ 4207, ч., ч.д.а., водний розчин з масовою часткою 15 %.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 14261.

5.28.1.3 Правила готування до випробовування

Примітка. Під час екстрагування бензойної кислоти з маргарину і промивання білків, які присутні в осаді, слід використовувати гарячу воду (температура води — близько 100 °С)

Готують водний розчин гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³ згідно з ГОСТ 25794.1

5.28.1.4 Методика та правила випробовування

Пробу маргарину від 9 г до 11 г зважують у колбі місткістю 250 см³. Результат зважування записують з точністю до четвертого десяткового знака.

Добавляють 50 см³ гарячої води. Колбу закривають корком і енергійно струшують.

Водно-жирову емульсію переносять в ділильну лійку. Після розподілу зливають нижній шар у колбу місткістю 250 см³. Повторюють екстрагування бензойної кислоти ще три рази, використовуючи для екстрагування кожний раз по 50 см³ гарячої води.

До об'єднаних екстрактів додають 1 см³ водного розчину залізистосинеродистого калію і 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують через паперовий складчастий фільтр в мірну колбу місткістю 250 см³. Осад на фільтрі промивають три рази гарячою водою порціями по (10—15) см³ і доводять об'єм вмісту у колбі, водою до мітки.

Вміст колби переносять в ділильну лійку і екстрагують бензойну кислоту етиловим ефіром порціями один раз 100 см³ і два рази по 50 см³ енергійно струшуючи. З об'єднаних екстрактів відганяють етиловий ефір і залишок розчиняють у 50 см³ водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85 %.

Розчин бензойної кислоти у водному спирті титрують водним розчином гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³ в присутності фенолфталеїну до слабкорожевого забарвлення, яке тримається протягом 30 с.

Паралельно проводять контрольне титрування 50 см³ водного розчину етилового спирту з масовою часткою 85 %.

5.28.1.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку бензойної кислоти (X_{15}), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_{15} = 100 \cdot \frac{(V - V_0) \cdot 0,0061 \cdot K}{m}, \quad (15)$$

- де V — об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, який витрачений під час титрування основної проби, см³;
- V_0 — об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, який витрачений під час титрування контрольної проби, см³;
- 0,0061 — маса бензойної кислоти, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, г;
- K — відношення дійсної молярної концентрації розчину гідроксиду натрію до номінальної молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³;
- m — маса проби маргарину, г.

За кінцевий результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Обчислювання проводять до третього десяткового знака з подальшим округлюванням результату до другого десяткового знака.

5.28.2 Визначання масової частки бензоату натрію

5.28.2.1 Норми точності вимірювання

Метрологічні характеристики методу за довірчої імовірності 0,95 наведено у таблиці 2

Таблиця 2

Діапазон визначання масової частки, %	Відносна похибка $\pm \delta$, %	Відносна розбіжність між результатами паралельних вимірювань, %	Відносна розбіжність між результатами вимірювань, які одержані в різних умовах, %
Від 0,07 до 0,10 включ.	7	10	20
Від 0,10 до 0,20 включ.	4	6	12

5.28.2.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали відповідно до 5.28.1.2.

5.28.2.3 Правила готування до випробовування

Примітка. Під час екстрагування бензоату натрію з маргарину і промивання білків, які присутні в осаді, слід використовувати гарячу воду (температура води — близько 100 °С)

Готують водний розчин соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ згідно з ГОСТ 25794.1

5.28.2.4 Методика та правила проведення випробовування

Пробу маргарину від 29 г до 30 г зважують у колбі місткістю 250 см³. Результат зважування записують до четвертого десяткового знака.

Додають 50 см³ гарячої води. Колбу закривають корком і енергійно струшують. Водно-жирову емульсію переносять в ділильну лійку. Після розподілу зливають нижній шар у колбу місткістю 250 см³. Повторюють екстрагування бензоату натрію ще один раз, використовуючи для екстрагування 50 см³ гарячої води.

До об'єднаних екстрактів додають 1 см³ водного розчину залістосинеродистого калію та 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують через паперовий складчастий фільтр в мірну колбу місткістю 250 см³. Осад на фільтрі промивають три рази гарячою водою порціями по 10—15 см³ і доводять об'єм вмісту у колбі, водою до мітки.

Контрольну пробу готують таким чином: до 150 см³ здистильованої води додають 1 см³ водного розчину залістосинеродистого калію і 1,2 см³ водного розчину сірчаноокислого цинку. Вміст колби інтенсивно збовтують і фільтрують через паперовий складчастий фільтр в мірну колбу місткістю 150 см³ і доводять об'єм до мітки.

Експериментальний і контрольний зразки переносять в колби для титрування, додають по 30 см³ етилового ефіру і титрують розчином соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ в присутності 2—3 краплин метилоранжу до оранжево-жовтого фарбовання, що не зникає протягом 30 с.

5.28.2.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку бензоату натрію (X_{16}), у відсотках, в перерахунку на бензойну кислоту, обчислюють за формулою:

$$X_{16} = 100 \cdot \frac{(V - V_0) \cdot 0,0061 \cdot K}{m}, \quad (16)$$

- де V — об'єм водного розчину соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, який витрачений під час титрування основної проби, см³;
- V_0 — об'єм водного розчину соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, який витрачений під час титрування контрольної проби, см³;
- 0,0061 — маса бензойної кислоти, що відповідає 1 см³ розчину соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;
- K — відношення дійсної молярної концентрації розчину соляної кислоти до номінальної молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;
- m — маса проби маргарину, г.

За кінцевий результат визначання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Обчислювання проводять до третього десяткового знака з подальшим округлюванням результату до другого десяткового знака.

5.28.3 Визначання масової частки сорбінової кислоти

5.28.3.1 Норми точності вимірювання

Метрологічні характеристики методу за довірчої імовірності 0,95 наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

Діапазон визначання масової частки, %	Відносна похибка $\pm \delta$, %	Відносна розбіжність між результатами паралельних вимірювань, %	Відносна розбіжність між результатами вимірювань, які одержані в різних умовах, %
Від 0,05 до 0,10 включ.	7	10	20
Від 0,10 до 0,20 включ.	4	6	12

5.28.3.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали — відповідно до 5.28.1.2.

5.28.3.3 Правила готування до випробовування

Примітка. Під час екстрагування сорбінової кислоти з маргарину і промивання білків, які присутні в осаді, слід використовувати гарячу воду (температура води — близько 100 °С)

Готування до виконання вимірювань відповідно до 5.28.1.3.

5.28.3.4 Методика та правила випробовування

Методика та правила випробовування відповідно до 5.28.1.4.

5.28.3.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку сорбінової кислоти (X_{17}), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_{17} = 100 \cdot \frac{(V - V_0) \cdot 0,0056 \cdot K}{m}, \quad (17)$$

- де V — об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, який витрачений під час титрування основної проби, см³;
- V_0 — об'єм водного розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, який витрачений під час титрування контрольної проби, см³;
- 0,0056 — маса сорбінової кислоти, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, г;
- K — відношення дійсної молярної концентрації розчину гідроксиду натрію до номінальної молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³;
- m — маса проби маргарину, г.

За кінцевий результат визначання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань.

Обчислювання проводять до третього десяткового знака з подальшим округлюванням результату до другого десяткового знака.

5.28.4 Визначання масової частки сорбату калію (або натрію) в маргарині

Визначають масову частку сорбату калію (або натрію) в маргарині відповідно до 5.29.2 із наступним змінням у частині 5.29.2.5.

Масову частку сорбату калію (або натрію) (X_{18}), у відсотках, в перерахунку на сорбінову кислоту, обчислюють за формулою:

$$X_{18} = 100 \cdot \frac{(V - V_0) \cdot 0,0056 \cdot K}{m}, \quad (18)$$

де 0,056 — маса сорбінової кислоти, що відповідає 1 см³ розчину соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;

5.28.5 Під час визначання масової частки консервантів в маргаринах, що виробляють із введенням какао-порошку і сухого молока, необхідно додавати зазначені продукти до контрольної проби в рецептурних кількостях, що перераховані на масу досліджуваної проби. В цьому випадку контрольну пробу перед фільтруванням необхідно підігріти до температури від 60 °С до 70 °С і інтенсивно збовтати.

5.28.6 Під час визначання масових часток консервантів у разі їх спільної присутності в маргарині в співвідношенні 1:1, в формулі розрахунку використовують замість маси бензойної або сорбінової кислот, що відповідає 1 см³ титрувального розчину, їхню середню масу, що відповідає 1 см³ титрувального розчину, тобто 0,0585 г.

У випадку іншого співвідношення консервантів цю величину розраховують, враховуючи співвідношення масових часток кожного консерванту в суміші, за формулою $(0,061x + 0,056y)$, де x і y — масові частки сорбату и бензоату в суміші відповідно.

5.29 Вимоги щодо безпеки під час випробовування

Під час випробовування необхідно виконувати вимоги техніки безпеки під час роботи з хімічними реактивами згідно з ГОСТ 12.1.007, вимоги щодо пожежної безпеки — згідно з ГОСТ 12.1.018 і електробезпеки під час роботи з електроустаткуванням — згідно з ГОСТ 12.1.019.

Приміщення, в якому проводять роботи, повинно бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією.

5.30 Вимоги до кваліфікації оператора

До виконання випробовувань допускають лаборантів, які вивчили методику і пройшли інструктаж з техніки безпеки.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)**ВИЗНАЧАННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КУХОННОЇ СОЛІ
МЕТОДОМ ТИТРУВАННЯ (CODEX STAN 32-1981)****A.1 Суть методу**

Маргарин розплавляють, додаючи киплячу воду, хлориди в суміші титрують стандартним розчином нітрату срібла, використовуючи хромат калію або індикатор згідно з методом Мора.

A.2 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 3-го класу точності.

Колби конічні Кн-1-250 або **Кн-2-250** — згідно з ГОСТ 25336.

Срібло азотнокисле (срібла нітрат) — згідно з ГОСТ 1277, титрований 0,1 моль/дм³.

Калій хромовоокислий (калію хромат) — згідно з ГОСТ 4459, водний розчин з масовою часткою 5%.

A.3 Правила готування до випробовування

Зразок у закритій посудині розм'якшують підігріванням на водяній бані за температури, що запобігає руйнуванню емульсії. Необхідно струшувати посудину під час розм'якшення для ретельного перемішування зразка. Виймають посудину з водяної бані і сильно струшують доти, доки зразок не вихолоне до щільної кремоподібної консистенції. Можна застосовувати механічний струшувач.

A.4 Методика та правила випробовування

A.4.1 У конічну колбу зважують з точністю ($5 \pm 0,01$) г зразка. Обережно додають 100 см³ киплячої здистильованої води. Витримують (5—10) хв, зрідка струшуючи для охолодження до температури титрування від 50 °С до 55 °С. Додають 2 см³ розчину хромату калію і перемішують. Під час перемішування слід титрувати розчином нітрату срібла, доки з'явиться оранжево-коричневий колір, що зберігається 30 с.

A.4.2 Проводять контрольне випробовування, використовуючи ті самі реактиви, в тих самих кількостях і за тією самою методикою, як описано вище, тільки без зразка.

A.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку хлориду натрію (M) визначають, у відсотках за масою, за формулою:

$$M = \frac{5,85 \cdot N \cdot (V - V_0)}{m}, \quad (1)$$

де N — нормальність розчину нітрату срібла;

V_1 — об'єм нітрату срібла, який використано згідно з А.4.1, см³;

V_0 — об'єм нітрату срібла, який використано згідно з А.4.2, см³;

m — маса наважки аналізованого зразка, г.

Результати округлюють до 0,01 %.

Збіжність, тобто різниця між результатами повторних визначень (результати, отримані одночасно або в швидкій послідовності одним дослідником), не повинна перевищувати 0,02 г хлориду натрію на 100 г продукту.

A.6 Правила оформлення результатів

Правила оформлення результатів відповідно до 5.4.6

МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ТРАНС-ІЗОМЕРІВ ОЛЕЇНОВОЇ КИСЛОТИ

Б.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої, реактиви і матеріали

ІЧ — спектрометри із спектральним діапазоном від 400 см^{-1} до 4200 см^{-1} , які дають змогу міряти світло перепускання в діапазоні від 900 см^{-1} до 1050 см^{-1} .

Ваги лабораторні — згідно з ГОСТ 24104, 2-го класу точності з найбільшою границею зважування 200 г.

Ультратермостат марок ТС-15, Т-16 та інші аналогічного типу (U-10, U-3), які забезпечують підтримання постійної температури в діапазоні від $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ з точністю до $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Пікнометри ПЖ-І-КШ 5/13 — згідно з ГОСТ 22524.

Лійка ділильна ВД-2-250 ХС — згідно з ГОСТ 25336.

Термометр рідинний скляний — згідно з ГОСТ 28498, що дає змогу вимірювати температуру в межах від $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, з ціною поділки $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Годинник — згідно з ГОСТ 10733.

Баня водяна, інтервал температур від $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Сірковуглець технічний — згідно з ГОСТ 19213.

Кальцію хлорид плавлений, х. ч. — згідно з нормативними документами.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709.

Б.2 Правила готування до випробовування

Б.2.1 Вимоги щодо безпеки

ЗАСТОРОГА! Сірковуглець є сильнодієвою отруйною легкозаймистою речовиною.

Зберігають його під шаром води. Усі роботи з використанням сірковуглецю необхідно проводити під витяжною шафою, виконуючи вимоги особистої безпеки.

Б.2.2 Готування реактивів

Перед використанням сірковуглець відокремлюють від води в ділильній лійці, засипають попередньо висушеним хлоридом кальцію (50 г на 1 дм^3 сірковуглецю) і залишають на добу. Після цього сірковуглець переганяють (температура кипіння $46\text{ }^{\circ}\text{C}$) на водяній бані з виносним обігрівом.

Б.2.2 Визначання дійсного об'єму пікнометра

Пікнометр зважують і записують результат в грамах до четвертого десяткового знака, після чого заповнюють здистильованою водою до поділки, ставлять в ультратермостат за температури $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ на дві години, повторно зважують.

Дійсний об'єм пікнометра (V), у кубічних дециметрах, визначають за формулою:

$$V = \frac{m_2 - m_1}{\rho_{\text{В}}^{20} \cdot 1000}, \quad (\text{Б.1})$$

де m_1 — маса порожнього пікнометра, г;

m_2 — маса пікнометра з водою, г;

$\rho_{\text{В}}^{20}$ — густина води за температури $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, г/см^3 ($0,99823$).

Обчислювання проводять до четвертого десяткового знака.

Б.3 Методика та правила випробовування

Пробу розплавленого жиру масою від $0,09\text{ г}$ до $0,12\text{ г}$ зважують у пікнометрі і записують результат в грамах до четвертого десяткового знака, розчиняють в сірковуглеці, доводять до поділки сірковуглецем та добре перемішують. Розчин вміщують в кювету з віконцями із хлориду натрію або бромиду калію товщиною близько $0,01\text{ см}$ (точна товщина кювети зазначена в паспорті приладу) і вимірюють світлоперепускання (T), у відсотках, записуючи спектр розчину жиру в діапазоні від 900 см^{-1} до 1050 см^{-1} , від $11,2\text{ мкм}$ до $9,55\text{ мкм}$.

Б.4 Правила опрацювання результатів

На запису спектра жиру проводять лінію через точки з частотами 930 см⁻¹ і 1000 см⁻¹ та виміряють світлоперепускання (Т), у відсотках, за частотами 930 см⁻¹ (Т₁), 968 см⁻¹ (Т), 1000 см⁻¹ (Т₂). Потім обчислюють оптичну густину розчину за частотами 930 см⁻¹ (D₁), 968 см⁻¹ (D), 1000 см⁻¹ (D₂) — за формулою:

$$D = \lg \frac{100}{T}. \quad (\text{Б.2})$$

Масову частку транс-ізомерів (X), у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{\left(D - \frac{D_1 + D_2}{2} \right) \cdot V}{m \cdot K_{\text{см}} \cdot d} \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

де D, D₁, D₂ — оптичні густини розчинів жиру за частотами 930 см⁻¹, 968 см⁻¹, 1000 см⁻¹ відповідно;

m — маса наважки жиру, г;

V — об'єм пікнометра, дм³;

d — товщина кювети, см;

K_{см} — коефіцієнт поглинання метилового ефіру елаїдинової кислоти, що дорівнює 0,46 дм³/г·см для призмових спектрометрів і 0,54 дм³/г·см для спектрометрів з дифракційними решітками.

За кінцевий результат вимірювання беруть середнє арифметичне із двох паралельних визначень, розбіжність між якими не повинна перевищувати 1,5 % абс. Довірчий інтервал абсолютної похибки методу становить ± 1,0 % за довірчої імовірності 0,95.

Б.5 Правила оформлювання результатів

Правила оформлювання результатів — відповідно до 5.4.6.

ДОДАТОК В
(обов'язковий)

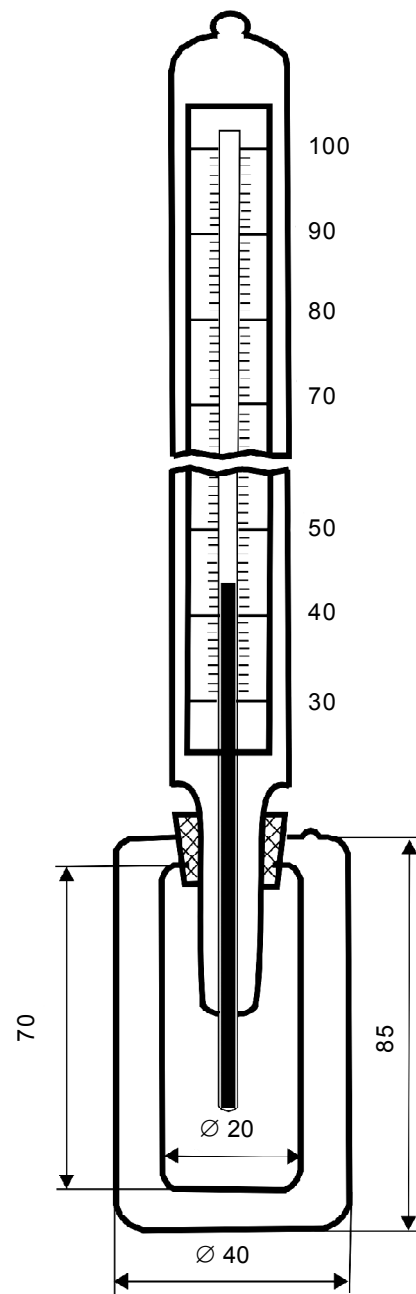
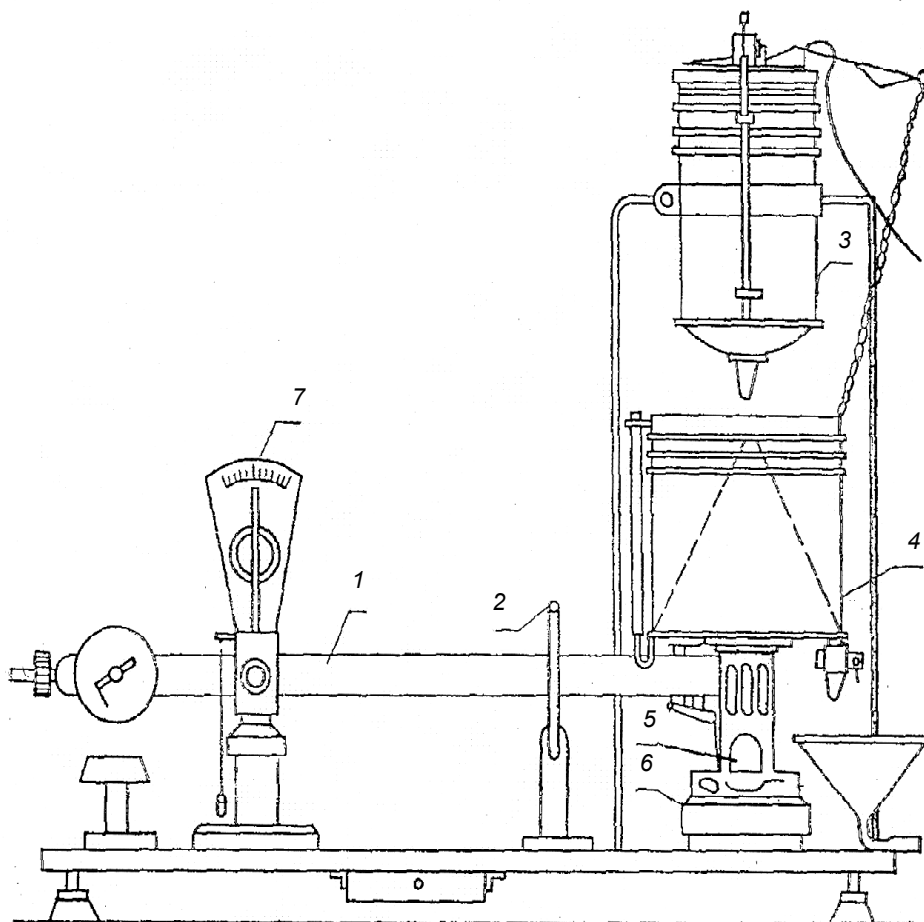


Рисунок В.1 — Прилад Жукова

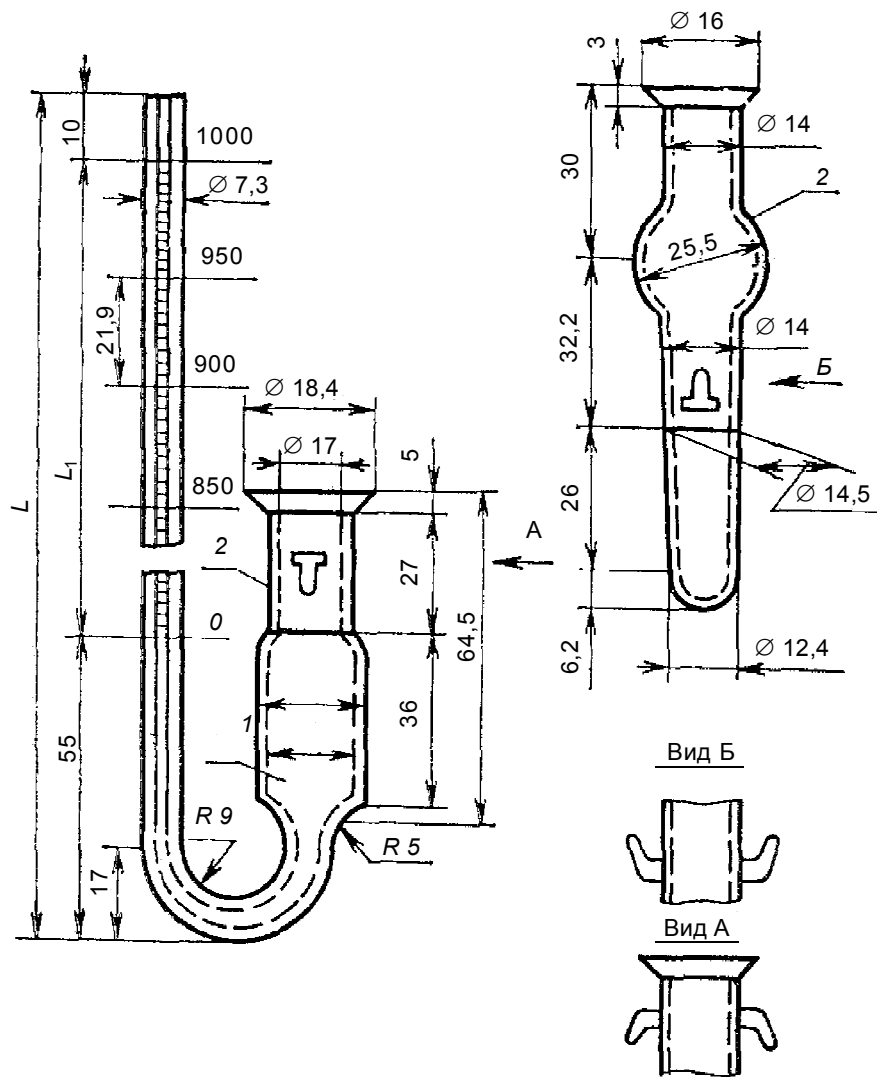
ДОДАТОК Г
(обов'язковий)



1 — коромисло; 2 — аретир; 3 — напірний бачок; 4 — приймач;
5 — різальний пристрій; 6 — охолоджувальна камера; 7 — шкала.

Рисунок Г.1 — Твердомір Камінського

ДОДАТОК Д
(обов'язковий)



1 — корпус із поградуйованою трубкою; 2 — корок.

Рисунок Д.1 — Дилатометр скляний

ДОДАТОК Ж
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Інструкція 4.4.10.2.209–2002 Інструкція по санітарно-мікробіологічному контролю виробництва маргарину і майонезу, затверджена МОЗ України 10.06.2002 р. № 23
- 2 ТУ 25-1819.0021–90 Секундомеры (Секундоміри)
- 3 ТУ 25-1894.003–90 Секундомеры (Секундоміри)
- 4 ТУ 75-06804-97–90 Эфир этиловый очищенный (Ефір етиловий очищений)
- 5 Госфармакопея, X изд., ст. 34 Эфир медицинский (Ефір медицинський)

УКНД 01.110

Ключові слова: маргарини, жири кондитерські, кулінарні, хлібопекарські та для молочної промисловості, правила приймання, методи випробовувань, органолептичні показники, фізико-хімічні показники.

Редактор **С. Ковалець**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **С. Іванчук**

Підписано до друку 12.12.2006. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 4,65. Зам. Ціна договірна.

Відділ редагування нормативних документів
ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2