

МАЙОНЕЗЫ

Правила приемки и методы испытаний

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 13 декабря 1995 г. № 595 ГОСТ 30004.2—93, содержащий полный текст ГОСТ Р 50173—92, введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ОСТ 10—77—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2006 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

руют 5 мин со скоростью 1500 мин⁻¹. Затем эту пробирку помещают в кипящую воду на 3 мин и снова центрифугируют 5 мин.

2.9.3 Обработка результатов

Стойкость эмульсии (X_6), %, неразрушенной эмульсии по объему, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot 100}{10}, \quad (6)$$

где V — объем неразрушенной эмульсии, см³;

10 — объем пробы майонеза, см³.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2,0 %.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целого числа.

2.10 Определение эффективной вязкости и pH майонеза — см. приложение А.

2.11 Определение массовой доли поваренной соли — см. приложение Б.

2.12 Содержание пестицидов определяют по методам, утвержденным Минздравом СССР.

2.13 Определение токсичных элементов — по ГОСТ 26927, ГОСТ 26928, ГОСТ 26930 — ГОСТ 26934.

2.14 Определение микроорганизмов — по ГОСТ 26668, ГОСТ 26669 и ГОСТ 10444.12.

2.15 Определение содержания бактерий группы кишечной палочки — по ГОСТ 9225, аналогично исследованию сметаны и творога со следующим дополнением:

перед определением майонез нейтрализуют 10 %-ным стерильным раствором двууглекислого натрия до pH (7,3±0,1).

2.16 Определение содержания патогенных микроорганизмов проводят по методам, утвержденным в установленном порядке Минздравом СССР, органами санэпидслужбы.

2.17 При проведении испытаний допускается использование импортных аппаратуры, реактивов и материалов с теми же метрологическими характеристиками, что в указанных отечественных аппаратуре, реактивах и материалах.

2.18 При расхождении между результатами параллельных определений по методикам, указанным в 2.3—2.9, которые превышают допустимые значения, оба результата считают недействительными и испытания проводят повторно.

2.19 Массовую долю сорбиновой кислоты определяют весовым методом при закладке.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

**Методы определения показателей качества майонеза, которые в ГОСТ Р 50174—92
отнесены к справочным**

1 Определение эффективной вязкости майонеза

Вязкость определяют с помощью ротационного вискозиметра типа РЕОТЕСТ, обеспечивающего измерение вязкости в диапазоне $1-1,8 \cdot 10^8$ мПа·с с относительной погрешностью не более 3—4 %, в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

2 Определение pH майонеза

2.1 Аппаратура, материалы, реактивы

pH-метр лабораторный (иономер), например pH-метр-милливольтметр pH-340 или другой с пределами измерения 0—14 единиц pH и ценой деления шкалы 0,01 или 0,05 единиц pH.

Баня водяная.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерить температуру в диапазоне 0—50 °С, с ценой деления 1—2 °С.

Стаканы Н-1—50 ТС или Н-2—50 ТС ГОСТ 25336.

Электроды стеклянные ЭСЛ-41 Г-04, ЭСЛ-11 Г-04, ЭСЛ-41 Г-05, ЭСЛ-11 Г-05 по нормативно-технической документации.

Электрод хлорсеребряный ЭВЛ-1МЗ по нормативно-технической документации.

Стандарт-титры pH: 9,18; 6,86; 4,01 единиц pH по ГОСТ 8.135.

Лед.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый, х.ч., по ГОСТ 4234, раствор, насыщенный при комнатной температуре.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2 Условия выполнения измерений

Температура в помещении должна быть (20 ± 2) °С.

Эксплуатация pH-метров должна осуществляться с применением двух электродов — стеклянного и хлорсеребряного, заполненного насыщенным раствором хлористого калия.

В нерабочем состоянии электроды должны храниться в дистиллированной воде.

Хлорсеребряный электрод заполняют и периодически дополняют насыщенным водным раствором хлористого калия.

Необходимо следить за тем, чтобы кристаллы хлористого калия при испарении раствора не осаждались внутри тонкого капилляра хлорсеребряного электрода.

2.3 Подготовка к определению

Общая подготовка pH-метра к эксплуатации должна проводиться в соответствии с порядком, изложенным в инструкциях по эксплуатации лабораторных pH-метров.

Проверка и настройка прибора pH-340 проводится после 60 мин прогрева прибора по стандартным буферным растворам, приготовленным из стандарт-титров.

Рекомендуется применять буферные растворы 4,01 и 6,86 единиц pH. Перед измерением резиновую пробку из хлорсеребряного электрода вынимают.

Перед измерением pH майонеза пробу доводят до температуры (20 ± 2) °С, используя для этой цели теплую или охлажденную льдом воду в водяной бане.

2.4 Проведение определения

Стеклянный стакан на $\frac{3}{4}$ вместимости заполняют майонезом. В майонез помещают электроды и термометр. Ручку на лицевой панели прибора с наименованием «температура раствора» следует установить на значение температуры майонеза.

Отсчет по шкале pH-метра следует проводить после того, как показания примут постоянное значение. Время установления — около 5 мин.

По окончании измерения электроды промывают дистиллированной водой и с помощью фильтровальной бумаги убирают капли воды.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 единиц pH.

Результат измерения округляют до первого десятичного знака.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Майонез. Общие требования и испытания

1 Определение массовой доли соли

1.2 Реактивы и растворы

Гидроокись натрия, 0,1 моль/дм³ раствора.

Хромат калия, 10 %-ный раствор.

Азотнокислое серебро, 0,1 моль/дм³ раствора.

1.3 Проведение определения

Из пробы майонеза, предназначенной для испытаний, отвесить 1 г майонеза с точностью до 0,01 г в коническую колбу, добавить 50 см³ дистиллированной воды.

Раствор нейтрализовать 0,1 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия с проверкой лакмусовой бумажкой. Затем добавить 3—5 капель раствора хромата калия как индикатора и титровать 0,1 моль/дм³ раствором азотнокислого серебра до появления желто-бурой окраски.

1.4 Обработка результатов

Содержание поваренной соли (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 0,005845 \cdot 100}{m}, \quad (\text{Б.1})$$

где a — точный объем 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, используемый для титрования, см³;

m — масса пробы майонеза, г;

0,005845 — количество NaCl, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, г.

За результат определения следует принять среднеарифметическое значение результатов, по меньшей мере, двух параллельных определений, отличающихся не более чем на 0,1 %. Результат округляют до первого десятичного знака.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 8.135—2004	Приложение А	ГОСТ 14919—83	2.4.1
ГОСТ 1770—74	2.8.1, 2.9.1	ГОСТ 24104—88	2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 2874—82	2.3.1	ГОСТ 24363—80	2.8.1
ГОСТ 3118—77	2.3.1	ГОСТ 25336—82	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.2.3.1, 2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1, Приложение А
ГОСТ 4171—76	2.5.1		2.8.1
ГОСТ 4204—77	2.7.1, 2.7.2	ГОСТ 25794.1—83	2.13, 2.14
ГОСТ 4234—77	Приложение А	ГОСТ 26668—85	2.14
ГОСТ 4328—77	2.8.1	ГОСТ 26669—85	2.13
ГОСТ 4919.1—77	2.8.1	ГОСТ 26927—86	2.13
ГОСТ 5556—81	2.5.1	ГОСТ 26929—94	2.13
ГОСТ 5830—79	2.7.1, 2.7.2	ГОСТ 26930—86 —	2.13
ГОСТ 6709—72	2.3.1, 2.7.1, 2.8.1, Приложение А	ГОСТ 26934—86	
ГОСТ 6859—72	2.7.1	ГОСТ 28498—90	2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.7.1, Приложение А
ГОСТ 7031—75	2.3.1		2.7.1, 2.8.1
ГОСТ 9225—84	2.15	ГОСТ 29252—91	2.7.1
ГОСТ 10444.12—88	2.14	ТУ 27—32—26—77—86	
ГОСТ 12026—76	2.5.1, 2.6.1, Приложение А		

УДК 664.346:006.354

МКС 67.200.10

H69

ОКСТУ 9143

Ключевые слова: партия, контроль качества, отбор проб, показатели органолептические, консистенция, запах, вкус, доля массовая влаги, доля массовая жира, кислотность, стойкость эмульсии, эффективная вязкость, рН, соль поваренная, пестициды, токсичные элементы, микроорганизмы, сорбиновая кислота

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 29.09.2006. Формат 60 × 84^{1/8}. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,30. Тираж 161 экз. Зак. 718. С 3342

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

МАЙОНЕЗЫ

Правила приемки и методы испытаний

Mayonnaises. Sampling rules and test methods

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт распространяется на майонезы и устанавливает правила приемки и методы испытаний органолептических и физико-химических показателей.

1 Правила приемки

1.1 Майонезы принимают партиями.

Партией считают любое количество майонеза одного наименования, одной даты выработки, с одинаковыми органолептическими и физико-химическими показателями, предназначенное к одновременной сдаче-приемке и оформленное одним документом о качестве, с указанием:

товарного знака, наименования предприятия-изготовителя и его адреса;
наименования и вида майонеза;
даты выработки;
массы партии и количества мест;
номера партии и даты отгрузки;
результатов испытаний;
срока хранения;
температуры хранения;
обозначения настоящего стандарта.

1.2 Для контроля качества майонезов, их упаковки и маркировки из партии отбирают выборки продукции в транспортной таре (ящиках, флягах) в объеме, указанном в таблице 1.

Таблица 1

Число единиц транспортной тары с продукцией (ящиков, фляг) в партии	Число единиц транспортной тары с продукцией (ящиков, фляг) в выборке
До 10 включ.	1
От 11 до 100 включ.	2
» 101 » 200 »	3
» 201 » 500 »	4
» 501 и более	5

1.3 Из каждой единицы транспортной тары с фасованными майонезами, включенной в выборку, отбирают по единице продукции в потребительской таре.

Из каждой единицы транспортной тары с нефасованными майонезами, включенной в выборку, отбирают продукт по 2.1.1.

1.4 Контроль содержания токсичных элементов, пестицидов и определение микробиологических показателей осуществляют в соответствии с порядком, установленным производителем продукции по согласованию с органами государственного санитарного надзора и гарантирующим безопасность продукции.

1.5 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из органолептических и физико-химических показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

2 Методы испытаний

2.1 Отбор проб

2.1.1 Отбор проб майонеза во флягах, включенных в выборку, проводят в зависимости от консистенции трубкой, черпаком или шупом.

Перед отбором проб майонез во флягах перемешивают мутовкой, совмещая перемещение ее вниз и вверх с круговыми движениями, в течение 1 мин. После перемешивания продукта точечные пробы отбирают трубкой из каждой единицы транспортной тары с продукцией.

При отборе точечных проб и составлении объединенной пробы на металлическую трубку надевают резиновое кольцо, при помощи которого снимают слой майонеза с наружной поверхности трубки.

Трубку погружают с такой скоростью, чтобы майонез поступал в нее одновременно с ее погружением. Из каждой фляги точечные пробы отбирают в одинаковом количестве, помещают в посуду, перемешивают и составляют из них объединенную пробу.

Масса объединенной пробы около 1000 г, из которой выделяют для проведения анализов около 200 г.

2.1.2 Майонез в потребительской таре перемешивают шпателем около 1 мин после вскрытия тары.

Затем майонез сливают из тары в посуду и составляют объединенную пробу, объем которой равен объему майонеза, включенного в выборку. Из объединенной пробы выделяют пробу, предназначенную для анализа, массой около 200 г.

Отбор проб майонеза из стеклянных банок вместимостью 1000 см³ и более аналогичен отбору проб из металлических фляг.

2.1.3 Подготовка проб для определения токсичных элементов — по ГОСТ 26929.

2.1.4 Для определения физико-химических показателей пробы майонеза доводят до температуры (20 ± 2) °С и тщательно перемешивают.

2.2 Методы определения органолептических показателей качества майонеза

Органолептические показатели определяют в следующей последовательности: консистенция, внешний вид, цвет, запах, вкус.

Майонез перед определением доводят до температуры (20 ± 2) °С.

2.2.1 Определение консистенции

2.2.1.1 Аппаратура, материалы

Стаканы В-1—150 ТС, В-1—250 ТС или Н-2—150 ТС, Н-2—250 ТС ГОСТ 25336.

Секундомер.

Шпатель шириной 20—30 мм.

2.2.1.2 Проведение определения

Определение проводят не ранее чем через 12 ч после изготовления майонеза.

Открывают потребительскую тару (стеклянные банки, коробочки, стаканчики) и сдвигают шпателем в сторону слой майонеза. След от шпателя не должен заплывать в течение (25 ± 5) с.

Консистенцию майонезов, упакованных в тубы, пакеты или фляги, определяют через 30 мин после перенесения порции продукции массой 150 г в стеклянный стакан.

2.2.2 Определение внешнего вида и цвета

2.2.2.1 Аппаратура, материалы

Стаканы В-1—50 ТС, В-1—100 ТС, В-1—150 ТС ГОСТ 25336.

Бумага белая.

2.2.2.2 Проведение определения

Пробу майонеза массой не менее 30 г помещают в стеклянный стакан. Стакан устанавливают на листе белой бумаги и рассматривают при рассеянном дневном свете, определяя внешний вид, цвет и отмечая отсутствие или наличие посторонних включений.

2.2.3 Определение запаха и вкуса

2.2.3.1 Аппаратура, материалы

Стаканы В-1—150 ТС, В-1—250 ТС или Н-2—150 ТС, Н-2—250 ТС ГОСТ 25336.

Шпатель.

2.2.3.2 Подготовка к определению

Майонез в стеклянных банках, в полимерных стаканчиках, в пробах, отобранных из фляг, предварительно перемешивают шпателем.

Майонез из туб, пакетов помещают в стеклянные стаканы и перемешивают шпателем.

2.2.3.3 Проведение определения

Запах майонеза определяют органолептически.

При определении вкуса количество продукта должно быть достаточным для распределения по всей полости рта 3—10 г. Майонез держат во рту 5—30 с, не проглатывая, затем удаляют.

2.3 Определение массовой доли влаги при разногласиях в оценке качества майонеза

2.3.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы такого же класса точности.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г или другие весы такого же класса точности.

Печь муфельная СНОЛ—1,6—2,5—1/9 900.

Шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М с терморегулятором, обеспечивающий погрешность поддержания температуры не более 3 °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в диапазоне 100—150 °С, с ценой деления 1—2 °С.

Эксикатор 2—190 или 2—250 ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием.

Чашка ЧВД-1—1000 по ГОСТ 25336.

Шпатель.

Стаканчики СН-45/13 и СН-60/14 ГОСТ 25336 или металлические бюксы тех же размеров по нормативно-технической документации.

Палочки стеклянные, оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканчиков или бюкса.

Сито металлическое штампованное с отверстиями диаметром 1,0—1,5 мм.

Банка стеклянная с пробкой или крышкой.

Песок кварцевый по ГОСТ 7031, очищенный, прокаленный или пемза прокаленная.

Кальций хлористый по нормативно-технической документации, прокаленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разведение 1:1 по объему.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода питьевая по ГОСТ 2874**.

2.3.2 Подготовка к определению

Песок просеивают через сито в чашку, промывают питьевой водой. Промытый песок заливают раствором соляной кислоты, периодически помешивая шпателем, и оставляют на (11 ± 1) ч. Соляную кислоту сливают, промывают песок питьевой водой путем декантации до нейтральной реакции, затем дистиллированной водой, просушивают в сушильном шкафу при температуре (115 ± 3) °С и прокаливают в муфельной печи (печь доводят до температуры ярко-красного каления 950 °С). Хранят песок в банке, плотно закрытой пробкой или крышкой.

2.3.3 Проведение определения

В стаканчик для взвешивания со стеклянной палочкой взвешивают 3—4 г прокаленного песка или пемзы, записывая результат в граммах до второго десятичного знака, сушат 2 ч при температуре (120 ± 3) °С в сушильном шкафу, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают, записывая результат в граммах до четвертого десятичного знака.

В стаканчике с песком взвешивают 2—3 г майонеза, записывают результат в граммах до четвертого десятичного знака.

Открыв крышку стаканчика, тщательно и осторожно перемешивают майонез с песком стеклянной палочкой, равномерно распределяя содержимое по дну стаканчика. Затем открытый стаканчик с навеской помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч при температуре (103 ± 3) °С, после чего стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,001 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

* С 01.07.2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

2.3.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги (X), %, вычисляют по формуле

$$X = 100 \cdot \frac{m_1 - m_2}{m} - X_5,$$

где m — масса майонеза, г;

m_1 — масса стаканчика с майонезом до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с майонезом после высушивания, г;

X_5 — кислотность майонеза в пересчете на уксусную или лимонную кислоту, %, вычисленная по 2.8.3.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

2.4 Определение массовой доли влаги (ускоренный метод)

2.4.1 Аппаратура, материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г или другие весы такого же класса точности.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в диапазоне 100—200 °С, с ценой деления 1—2 °С.

Стаканы Н-1—250 или Н-2—250 ГОСТ 25336 или металлические стаканы тех же размеров по нормативно-технической документации.

Масло растительное рафинированное.

Палочки стеклянные, длина которых соответствует высоте стаканов.

2.4.2 Подготовка к определению

Для контроля температуры электроплитки устанавливают термометр, конец которого погружен в стакан с растительным рафинированным маслом, имеющим температуру (140 ± 10) °С.

2.4.3 Проведение определения

В чистый стакан взвешивают 2,9—3,1 г майонеза, записывая результат в граммах до второго десятичного знака.

Стакан ставят на предварительно нагретую электроплитку. Содержимое непрерывно помешивают стеклянной палочкой, не допуская разбрызгивания и пригорания майонеза. Об удалении влаги судят по отсутствию запотевания стенок стакана после прекращения потрескивания и по изменению цвета майонеза до светло-коричневого. Затем дополнительно стакан высушивают в сушильном шкафу 30 мин при температуре (103 ± 3) °С.

Стакан с содержимым охлаждают на столе в течение 10 мин и взвешивают.

2.4.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги (X) вычисляют, как указано в 2.3.4.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

2.5 Определение массовой доли жира с применением аппарата Сокслета

2.5.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы такого же класса точности.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г или другие весы такого же класса точности.

Аппарат Сокслета, состоящий из насадки НЭТ-150 ТС ГОСТ 25336; холодильника ХШ-2—250—19/26 ХС ГОСТ 25336; колбы П-1—250—29/32 ТС ГОСТ 25336.

Баня водяная или баня воздушная с паровым обогревом.

Шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в диапазоне 100—150 °С, с ценой деления 1—2 °С.

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием.

Воронка В-36—80 ХС ГОСТ 25336.

Шпатель или палочка стеклянная.

Пинцет.

Стекло часовое.

Болванка деревянная диаметром 25—26 мм.

Эфир этиловый по нормативно-технической документации, перегнанный.

Натрий сернистый по ГОСТ 4171.

Кальций хлористый по нормативно-технической документации, прокаленный.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026, обезжиренная.

Вата гигроскопическая по ГОСТ 5556, обезжиренная.

2.5.2 Требования безопасности

Этиловый эфир — бесцветная, очень летучая жидкость, легко воспламеняющаяся, с воздухом образует гремучие смеси.

При хранении на воздухе под действием кислорода, особенно на свету, образует перекись водорода и диоксиэтила, отчего становится взрывоопасным. Наркотик, действующий слегка раздражающе на дыхательные пути.

Помещение химической лаборатории должно соответствовать требованиям пожарных и санитарных норм, утвержденных в установленном порядке.

Категорически запрещается выливать этиловый эфир в канализацию. Работа с эфиром проводится с использованием вытяжных устройств.

2.5.3 Требования к квалификации лаборанта

К проведению определения допускаются лаборанты, изучившие методику и прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с легко воспламеняющимися жидкостями.

2.5.4 Подготовка к определению

2.5.4.1 Обезжиривание бумаги и ваты осуществляется в аппарате Сокслета с применением того же растворителя, что и для анализа.

2.5.4.2 Патрон для аппарата Сокслета готовят из листа фильтровальной бумаги размером примерно 10 × 48 см следующим образом: на деревянную болванку наворачивают фильтровальную бумагу, выступающий над концом болванки край бумаги подворачивают по мере наворачивания ее на болванку, затем патрон снимают с болванки, кладут на дно его обезжиренный кусочек ваты.

2.5.4.3 Этиловый эфир перегоняют при температуре (35 ± 1) °С, предварительно, в случае необходимости, обезвоживая сернистым натрием или хлористым кальцием.

2.5.4.4 Колбу от аппарата Сокслета сушат 2 ч в сушильном шкафу при температуре (120 ± 3) °С, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают, записывая результат в граммах до четвертого десятичного знака.

2.5.5 Проведение определения

В стаканчиках взвешивают 3—5 г майонеза, записывая результат в граммах до четвертого десятичного знака, тщательно смешивают с 15 г прокаленного сернистого натрия, взвешенного до второго десятичного знака, и шпателем переносят в патрон. Стаканчик и шпатель с помощью пинцета протирают несколько раз ватой, сначала сухой, а затем смоченной эфиром. Вату помещают в тот же патрон, сверху кладут еще небольшой слой ваты, затем заворачивают края патрона и помещают его в насадку для экстрагирования аппарата Сокслета.

Насадку соединяют с приемной колбой, подготовленной по 2.5.4.4, и наливают в нее этиловый эфир в таком количестве, чтобы он через сифонную трубку перелился в колбу. Затем добавляют еще небольшой избыток эфира и соединяют насадку с укрепленным в штативе холодильником. Собранный аппарат ставят на нагретую баню, обеспечивающую равномерное, не слишком сильное кипение эфира (5—6 сифонирований эфира в течение 1 ч).

Через 3 ч проверяют полноту экстракции. Для этого отделяют насадку от холодильника, наклоняют ее в сторону сифонной трубки и сливают весь растворитель в колбу через сифонную трубку. Последние капли эфира наносят на сухое и чистое часовое стекло или на кусочек фильтровальной бумаги. Экстракцию считают законченной, если после испарения эфира на стекле не остается масляного пятна.

После окончания экстракции аппарат разбирают, вынимают патрон, присоединяют насадку снова и отгоняют эфир из колбы в насадку.

Колбу с жиром после отгонки растворителя сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре $(103 \pm 3)^\circ\text{C}$, охлаждают 40 мин в эксикаторе и взвешивают. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки. Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,001 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

Сушка по длительности не должна превышать 2,5 ч.

2.5.6 Обработка результатов

Массовую долю жира (X_1), %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса колбы с высушенным жиром, г;

m_2 — масса пустой колбы, г;

m — масса майонеза, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые абсолютные расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

2.6 Определение массовой доли жира (ускоренный метод)

2.6.1 Аппаратура, материалы, реактивы по п. 2.5.1, а также указанные ниже:

колбы КН-1—250 ТС или КН-2—250 ТС ГОСТ 25336;

воронка В-36—80 ХС ГОСТ 25336;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

2.6.2 Требования безопасности — по 2.5.2.

2.6.3 Требования к квалификации лаборанта — по 2.5.3.

2.6.4 Подготовка к определению

Из фильтровальной бумаги вырезают фильтр по размеру воронки и взвешивают, записывая результат до второго десятичного знака.

2.6.5 Проведение определения

Из навески майонеза, оставшейся после определения массовой доли влаги по 2.4, экстрагируют жир. Для этого в стакан по стенкам приливают 50 см^3 эфира, содержимое стакана хорошо перемешивают и оставляют в покое до полного отстаивания.

Отстоявшийся прозрачный раствор осторожно сливают через воронку с фильтром в колбу, оставляя небольшое количество эфира над остатком.

Остаток промывают три-четыре раза, каждый раз вливая эфирный слой через фильтр после отстаивания. Для каждой промывки берут около 30 см^3 эфира. При наличии следов жира на фильтре последний промывают до полного обезжиривания. Затем фильтр переносят в стакан с обезжиренным остатком и сушат в сушильном шкафу при температуре $(103 \pm 3)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин, охлаждают на столе 10 мин и взвешивают, записывая результат до второго десятичного знака.

2.6.6 Обработка результатов

Массовую долю жира (X_2), %, вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 - (X + X_3 + X_5), \quad (2)$$

где X — массовая доля влаги, %, вычисленная по 2.3.4;

X_3 — массовая доля сухого обезжиренного остатка, %;

X_5 — кислотность майонеза, %, вычисленная по 2.8.3.

Массовую долю сухого обезжиренного остатка (X_3), %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где m — масса майонеза, г;

m_1 — масса стакана с осадком и фильтром со следами сухого обезжиренного остатка, г;

m_2 — масса пустого стакана, г;

m_3 — масса фильтра, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Вычисления производят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

2.7 Определение массовой доли жира методом центрифугирования (ускоренный метод)

2.7.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г или другие весы с таким же классом точности.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в диапазоне 50—100 °С, с ценой деления 1—2 °С.

Бутирометр стеклянный для сливок 0—40 % по ТУ 25—204.019—88.

Пробка резиновая для бутирометра по нормативно-технической документации.

Прибор для отмеривания изоамилового спирта по ГОСТ 6859, тип 2.

Центрифуга по ТУ 27—32—26—77—86.

Бюретка 1—2—25—0,1 или 2—2—25—0,1 ГОСТ 29252.

Воронка В-25—38 ХС или В-36—50, 80 ХС ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Часы песочные на 5 мин по нормативно-технической документации.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,5 г/см³.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.7.2 Требования безопасности

Требования безопасности при обращении с серной кислотой — по ГОСТ 4204.

Требования безопасности при обращении с изоамиловым спиртом — по ГОСТ 5830.

При выполнении определения массовой доли жира методом центрифугирования следует пользоваться защитными очками и резиновыми перчатками. При встряхивании бутирометра его заворачивают в полотенце.

2.7.3 Требования к квалификации лаборанта

К проведению определения допускаются лаборанты, изучившие методику и прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с кислотами и токсическими веществами.

2.7.4 Проведение определения

В бутирометре взвешивают 1,7—1,9 г предварительно перемешанного майонеза, записывая результат до второго десятичного знака. Затем в бутирометр из бюретки наливают 18 см³ серной кислоты и 1 см³ изоамилового спирта, закрывают бутирометр сухой пробкой и нагревают на водяной бане при температуре (67±2) °С, периодически встряхивая до полного растворения белковых веществ. После этого бутирометр ставят пробкой вниз на 5 мин в водяную баню температурой (67±2) °С. Вынув из бани, бутирометры вставляют в патроны (стаканы) центрифуги рабочей частью к центру, располагая их симметрично один против другого. При нечетном числе бутирометров в центрифугу помещают бутирометр, наполненный водой. Закрыв крышку центрифуги, бутирометры центрифугируют 5 мин со скоростью 25 об/с. Затем бутирометры вынимают из центрифуги и движением резиновой пробки регулируют столбик жира в бутирометре так, чтобы он находился в трубке со шкалой. Бутирометры погружают пробками вниз в водяную баню. Уровень воды в бане должен быть несколько выше уровня жира в бутирометре. Температура воды в бане должна быть (67±2) °С. Через 5 мин бутирометры вынимают из водяной бани и проводят отсчет жира. При отсчете бутирометр держат вертикально; граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки вверх и вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на целом делении шкалы бутирометра и от него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным. При наличии кольца (пробки) буроватого или темно-желтого цвета, а также различных примесей в жировом столбике анализ проводят повторно.

2.7.5 Обработка результатов

Массовую долю жира (X_4), %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{A \cdot 5}{m}, \quad (4)$$

где A — показание бутирометра;

m — масса майонеза, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,9 %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

2.8 Определение кислотности

2.8.1 Аппаратура, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г или другие весы такого же класса точности.

Колба Кн-1—250 ТС, Кн-2—250 ТС ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50, 1—100 ГОСТ 1770.

Капельница исполнения 1, 2, 3 по ГОСТ 25336.

Бюретка 3—2—25—0,1; 3—2—25—0,05; 3—2—50—0,1 ГОСТ 29252.

Фенолфталеин по нормативно-технической документации, спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

2.8.2 Проведение определения

В колбу наливают 50 см³ дистиллированной воды и взвешивают 1,9—2,1 г майонеза, записывая результат в граммах до второго десятичного знака. Перемешивают содержимое круговыми движениями до полного растворения майонеза и титруют раствором гидроокиси калия или натрия в присутствии индикатора фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей 1 мин.

2.8.3 Обработка результатов

Кислотность майонеза в пересчете на уксусную или лимонную кислоту (X_5), %, вычисляют по формуле

$$X_5 = 100 \cdot \frac{V \cdot K \cdot N}{m}, \quad (5)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия или натрия, израсходованный на титрование, см³;

K — поправка к титру раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия;

N — коэффициент пересчета, равный: 0,0060 — для пересчета на уксусную кислоту; 0,0064 — для пересчета на лимонную кислоту;

m — масса майонеза, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением результата до второго десятичного знака.

2.9 Определение стойкости эмульсии

2.9.1 Аппаратура

Центрифуга с числом оборотов не менее 1500 мин⁻¹.

Пробирки П-1—10—02—ХС ГОСТ 1770.

Баня водяная.

2.9.2 Проведение определения

Пробирку заполняют до верхнего деления майонезом, помещают в центрифугу и центрифуги-