ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54053— 2010

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли жира

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Научно-исследовательский институт кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ НИИ КП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 149 «Кондитерские изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 671-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2013 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2011
© Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Условия проведения измерений . . . 2
4 Требования безопасности . . . 2
5 Требования к квалификации оператора . . . 2
6 Отбор и подготовка проб . . . 2
7 Экстракционно-весовой метод определения массовой доли жира в мучных и сахаристых кондитерских изделиях и полуфабрикатах . . . 2
8 Экстракционно-весовой метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах . . . 5
9 Рефрактометрический метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах . . . 7
10 Рефрактометрический метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях, содержащих молоко и продукты его переработки . . . 10
Приложение А (обязательное) Поправки при рефрактометрическом определении показателей преломления раствора жира и смеси жиров в растворителе при температуре от 15 °С до 35 °С . . . 12
Приложение Б (обязательное) Показатели преломления и плотности жиров при температуре 20 °С . . . 13
Приложение В (обязательное) Поправки при рефрактометрическом определении показателя преломления жира и смеси жиров при температуре от 15 °С до 35 °С . . . 14
Приложение Г (справочное) Пример расчета показателя преломления и плотности смеси жиров в кондитерских изделиях . . . 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли жира

Confectionery.
Methods for determination of fat weight fraction

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и полуфабрикаты и устанавливает экстракционно-весовые и рефрактометрические методы определения массовой доли жира.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1942—86 1,2-Дихлорэтан технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5900—73 Изделия кондитерские. Методы определения влаги и сухих веществ

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 22524—77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (18 ± 5) °С;
- атмосферное давление . . . . . ($9{,}33 \cdot 10^4$—$1{,}07 \cdot 10^5$) Па;
- влажность воздуха . . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.018, электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технических документах на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший методы и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб для проведения измерений — по ГОСТ 5904.

7 Экстракционно-весовой метод определения массовой доли жира в мучных и сахаристых кондитерских изделиях и полуфабрикатах

7.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции жира из навески изделия растворителем и определении массовой доли жира после удаления растворителя.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Термометр жидкостной с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (100 ± 2) °С.

Центрифуга лабораторная с числом оборотов в минуту не менее 3000 и центрифужными термостойкими пробирками с крышками вместимостью 50 см^3.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 80 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1-100 по ГОСТ 25336.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

насадки НЭТ-250 ТС по ГОСТ 25336;

холодильника ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336;

колбы П-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Колба 1-1000-1 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн -1-100(250)-14/23 ТХС, Кн-2-100(250)-14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-100 и 3-100 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-2-(20;50) по ГОСТ 29227.

Холодильник ХШ 1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХТП-1-200-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-25 и В-1-50 по ГОСТ 25336.

Воронки ВФ-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204.

1,2-Дихлорэтан технический по ГОСТ 1942.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Фенолфталеин по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Петролейный эфир с температурой кипения 40 °С — 70 °С и плотностью 0,64—0,65 г/см^3.

Серебро азотнокислое х. ч. по ГОСТ 1277.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

7.3 Приготовление растворов

7.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией c (HCl) = 8 моль/дм^3 (8 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 200—250 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 609 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,198 г/см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

7.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 5,0 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 27,2 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,8 г/см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

7.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 1,5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 34,8 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,198 г/см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Растворы соляной и серной кислот должны храниться в плотно закрытой стеклянной посуде в вытяжном шкафу при комнатной температуре не более двух недель.

7.3.4 Приготовление раствора нитрата серебра молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 16,99 г нитрата серебра, добавляют 400—500 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор должен быть свежеприготовленным.

7.3.5 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1,0 г фенолфталеина, добавляют 40—50 см³ этилового спирта и тщательно перемешивают до полного растворения. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в стеклянной таре при комнатной температуре.

7.4 Выполнение измерений

7.4.1 Определение массовой доли жира с предварительным гидролизом продукта и экстракцией хлороформом

Навеску измельченного исследуемого продукта массой 3—5 г взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ 1,5 %-ной соляной кислоты (или 100 см³ 5 %-ной серной кислоты), кипятят в колбе с обратным холодильником на слабом огне 30 мин. Затем колбу охлаждают водой до комнатной температуры, вносят 50 см³ хлороформа, плотно закрывают хорошо пригнанной пробкой, энергично взбалтывают в течение 15 мин, выливают содержимое в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 2—3 мин со скоростью 3000 об/мин. В пробирке образуется три слоя. Верхний водный слой удаляют с помощью делительной воронки.

Также расслаивание может происходить следующим способом. После гидролиза в охлажденную колбу добавляют 5 см³ раствора аммиака плотностью 910,0 кг/м³, 50 см³ хлороформа. Содержимое колбы взбалтывают в течение 15 мин и оставляют на 1 ч для отстаивания. За это время полностью отделяется и становится четко видимым нижний хлороформный слой. Если расслаивания не произойдет, добавляют еще 2—3 см³ аммиака, следя за тем, чтобы реакция по фенолфталеину оставалась кислой.

Пипеткой, снабженной резиновой грушей, отбирают хлороформный раствор жира и фильтруют его в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки, причем кончик пипетки должен при этом касаться ваты.

20 см³ фильтрата помещают в предварительно доведенную до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г) и взвешенную с погрешностью не более 0,001 г колбу вместимостью примерно 100 см³. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Фильтрацию и отбор следует проводить в течение 2 мин, хлороформ из колбы отгоняют на горячей бане, пользуясь холодильником с прямой трубкой. Оставшийся в колбе жир сушат до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г) 1,0—1,5 ч при температуре 100 °С, затем охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают колбу с погрешностью не более 0,001 г. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Проводят два параллельных определения и рассчитывают массовую долю жира по формуле (1), приведенной в 7.5.1.

7.4.2 Определение массовой доли жира путем предварительного гидролиза продукта и экстракции петролейным эфиром

Навеску подготовленной пробы массой 10—15 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стеклянный стакан и медленно при постоянном перемешивании приливают в него 45 см³ дистиллированной воды с температурой 60 °С—70 °С до получения однородной суспензии. Затем добавляют 55 см³ соляной кислоты молярной концентрацией c (HCl) = 8 моль/дм³ (8 н) и перемешивают. Накрывают часовым стеклом, затем медленно доводят до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Ополаскивают часовое стекло 100 см³ дистиллированной воды и фильтруют содержимое стакана через бумажный фильтр, ополаскивая стакан дистиллированной водой.

Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой до полного отсутствия ионов Cl^- в фильтрате, которое подтверждается отсутствием помутнения при добавлении в фильтрат раствора нитрата серебра молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н) и перемешивании полученной смеси.

Фильтр с осадком сушат в стеклянном стакане в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

Высушенный фильтр с осадком помещают в бумажный патрон и экстрагируют жир петролейным эфиром в аппарате Сокслета, используя в качестве приемника жира предварительно обезжиренную коническую колбу вместимостью 250 см³, высушенную в течение 1 ч при температуре 100 °С и взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Ополаскивают стакан для гидролиза, часовое стекло (предварительно высушенные) и стакан для сушки тремя порциями петролейного эфира по 50 см³ и добавляют в колбу аппарата Сокслета. Экстрагируют жир в течение 4 ч. Отделяют колбу от аппарата Сокслета и медленно выпаривают растворитель на водяной бане в вытяжном шкафу.

Колбу с полученным жиром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г), затем охлаждают в эксикаторе 20 мин. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Проводят два параллельных определения и рассчитывают массовую долю жира по формуле (1), приведенной в 7.5.1.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю жира Y, %, в мучных и сахаристых кондитерских изделиях и полуфабрикатах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса пустой колбы, г;

m_2 — масса колбы с полученным жиром, г;

m — масса анализируемой навески, г.

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

За окончательный результат определения массовой доли жира в мучных и сахаристых кондитерских изделиях и полуфабрикатах принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|Y_1 - Y_2| \le r, \quad (2)$$

где Y_1 и Y_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %.

7.5.2 Характеристики погрешности определения массовой доли жира в мучных и сахаристых кондитерских изделиях и полуфабрикатах при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %
Массовая доля жира	От 0 до 60	0,8	1,1	0,8

8 Экстракционно-весовой метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах

8.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении жира растворителем непосредственно из навески или из навески, предварительно обработанной соляной кислотой. После отгонки растворителя из полученного экстракта остаток высушивают и взвешивают.

Метод применяется для определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах при возникновении разногласий.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (100 ± 2) °С.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 80 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1-100 по ГОСТ 25336.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Аппарат Сокслета, состоящий из:
насадки НЭТ-250 ТС по ГОСТ 25336;
холодильника ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
колбы П-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.
Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Стаканы В-1-100 и В-1-150 по ГОСТ 25336.
Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.
Воронки лабораторные диаметром 50—70 мм по ГОСТ 25336.
Цилиндр исполнения 1 по ГОСТ 1770, вместимостью 25 $см^3$.
Стекло часовое.
Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Хлороформ по ГОСТ 20015.
Эфир этиловый (серный) ч. д. а.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.3 Подготовка к выполнению измерений

Массу измельченной навески 5—10 г рассчитывают так, чтобы она содержала 1—2 г жира, взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Кондитерские изделия, технологические процессы производства которых предусматривают термообработку сырья и полуфабрикатов свыше 70 °С, подвергают следующей обработке. В стакан с навеской приливают 15—20 $см^3$ дистиллированной воды и 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, перемешивают содержимое стеклянной палочкой, закрывают стакан часовым стеклом, нагревают содержимое на кипящей водяной бане 5 мин. Затем часовое стекло ополаскивают горячей дистиллированной водой над стаканом.

Подготавливают воронку с фильтром, смачивают фильтр дистиллированной водой, переносят содержимое стакана на фильтр, дают жидкости стечь и не менее четырех раз промывают остаток на фильтре дистиллированной водой с температурой 60 °С—70 °С, не допуская высыхания фильтра. Промытый фильтр вынимают из воронки, помещают в бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С—105 °С до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,001 г).

Кондитерские изделия, такие как шоколад, халва и другие, технологические процессы производства которых не предусматривают термообработку свыше 70 °С, допускается не обрабатывать соляной кислотой.

8.4 Выполнение измерений

Навеску измельченного продукта или высушенный фильтр с навеской, обработанной кислотой, помещают в бумажный патрон, на дно которого предварительно помещен кусочек ваты и который уплотнен так, чтобы закрыть щели на дне. Патрон сверху также плотно закрывают ватой. Патрон вкладывают в экстрактор, присоединяют к экстрактору холодильник и приемную колбу. Приемную колбу предварительно высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 105 °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Поместив патрон в прибор Сокслета, приливают растворитель (углерод четыреххлористый или хлороформ, или эфир этиловый), предварительно ополоснув им бюксу, в которой подсушивали фильтр с навеской. Количество растворителя должно в 1,5 раза превышать объем экстрактора при заполнении его до верхнего колена сифона.

Экстрагирование ведут не менее 5 ч из навески, не обработанной кислотой, и не менее 3,5 ч из навески, обработанной кислотой.

Для определения момента окончания процесса из экстрактора отбирают 1—2 $см^3$ жидкости, наносят на сухое часовое стекло и помещают его в вытяжной шкаф до полного испарения растворителя. Если после испарения растворителя стекло будет прозрачным, экстракция закончена.

По окончании процесса колбу с экстрактом охлаждают, отсоединяют холодильник и экстрактор. Затем присоединяют приемную колбу к прямому холодильнику и отгоняют растворитель. После этого колбу помещают в кипящую водяную баню и отгоняют остатки растворителя.

Остатки растворителя и влаги отгоняют в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

8.5 Обработка результатов измерений

8.5.1 Массовую долю жира Y, %, в кондитерских изделиях и полуфабрикатах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса пустой колбы, г;

m_2 — масса колбы с полученным жиром, г;

m — масса анализируемой навески, г.

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

За окончательный результат определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|Y_1 - Y_2| \le r, \quad (4)$$

где Y_1 и Y_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 2, %.

8.5.2 Характеристики погрешности определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) (n = 2) r, %	Предел воспроизводимости (m = 2) R, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %
Массовая доля жира	От 0 до 60	0,5	0,7	0,5

9 Рефрактометрический метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах

9.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении жира из навески монобром- или монохлорнафталином и определении показателя преломления растворителя и раствора жира.

9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Рефрактометр с предельным показателем преломления от 1,3 до 1,7 и погрешностью не более $1 \cdot 10^{-4}$.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (100 ± 2) °С.

Термометр жидкостной с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы песочные на 1, 2, 3 мин.

Эксикатор 1-100 по ГОСТ 25336.

Пикнометр типа ПЖ2 с горловиной диаметром 6 мм, вместимостью 25, 50 см^3 по ГОСТ 22524.

Пипетки 1-2-1-2 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1-(50, 100) ТХС ГОСТ 25336.

Воронки ВФ-1-40 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147 или чаша выпаривательная 1, 2 или 3 по ГОСТ 9147.

Колба Кн-2-(25; 50;100)-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Растворитель α-бромнафталин (монобромнафталин; 1-бромнафталин реактивный) с показателем преломления около 1,66 или α-хлорнафталин (монохлор-нафталин) с показателем преломления около 1,63.

Эфир этиловый (серный) ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

9.3 Подготовка к выполнению измерений

9.3.1 Проверка нулевой точки рефрактометра

Перед началом работы с рефрактометром проверяют нулевую точку прибора при помощи дистиллированной воды. Для этого 1-2 капли дистиллированной воды при температуре (20,0 ± 0,1) °С помещают между призмами, затем окуляр шкалы и окуляр зрительной трубы устанавливают на резкость так, чтобы поле зрения и визирные линии были четко видны.

Визирную линию окуляра шкалы устанавливают на 1,333 (показатель преломления дистиллированной воды при температуре 20 °С) и в зрительную трубу наблюдают границу светотени по отношению к точке пересечения двух взаимно перпендикулярных визирных линий.

Если граница светотени проходит через точку пересечения визирных линий, то прибор установлен на нуль. Если этого нет, то при помощи специального ключа и винта устанавливают границу светотени на точку пересечения визирных линий.

Проверку прибора необходимо проводить при температуре призм, равной 20 °С. Температуру измеряют термометром, специально укрепленным у призм рефрактометра. Температуру призмы обеспечивает пропущенная через нее вода с температурой 20 °С.

9.3.2 Определение показателя преломления растворителя

В каждой партии поступающего для анализа монобром- или монохлорнафталина определяют показатель преломления с погрешностью не более 0,0001 путем нанесения на призму рефрактометра 1-2 капли этого растворителя при температуре (20,0 ± 0,1) °С.

9.3.3 Определение плотности растворителя

Высушенный при температуре 100 °С—105 °С до постоянной массы и охлажденный в эксикаторе до комнатной температуры пикнометр взвешивают с погрешностью не более 0,0015 г, заполняют при помощи маленькой воронки дистиллированной водой немного выше метки.

Пикнометр закрывают пробкой и выдерживают 20 мин в водяном термостате или водяной бане при температуре воды (20,0 ± 0,1) °С. При этой температуре уровень воды в пикнометре доводят до метки при помощи капиллярной трубки или свернутой в трубку полоски фильтровальной бумаги. Пикнометр снова закрывают пробкой и выдерживают в термостате или водяной бане еще 10 мин, проверяя положение мениска по отношению к метке. Затем пикнометр вынимают из термостата или водяной бани, вытирают снаружи мягкой тканью досуха, оставляют под стеклом аналитических весов в течение 20 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0015 г.

Потом его освобождают от воды, споласкивают последовательно этиловым спиртом и эфиром, высушивают, как указано выше, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и заполняют испытуемым растворителем, после чего проводят те же операции, что и с дистиллированной водой.

Наполнение пикнометра водой (или растворителем), установку мениска и взвешивание повторяют три раза. Расхождения между параллельными взвешиваниями не должны быть более 0,005 г. Для вычисления берут среднеарифметическое значение.

Плотность растворителя P^{20}, кг/м^3, вычисляют по формуле

$$P^{20} = \frac{(m_2 - m)\ 998{,}23}{m_1 - m}, \qquad (5)$$

где m — масса пустого пикнометра, г;

m_1 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г;

m_2 — масса пикнометра с растворителем, г;

998,23 — значение плотности воды при температуре 20 °С, кг/м^3.

Плотность растворителя вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

9.3.4 Калибровка пипетки по растворителю

Калибровку проводят для каждой вновь применяемой пипетки.

Пипетку вместимостью 2 см³ калибруют по растворителю, отмеривая ею соответствующий объем монобром- или монохлорнафталина и взвешивая его в предварительно взвешенной колбе с притертой пробкой или стаканчике для взвешивания с погрешностью не более 0,0015 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,005 г. Взвешивание проводят три раза. Для расчета берут среднеарифметическое значение.

Объем пипетки V_p, см³, вычисляют по формуле

$$V_p = \frac{m_3}{P^{20}} 1000, \quad (6)$$

где m_3 — масса растворителя, соответствующая объему взятой пипетки, г;

P^{20} — плотность растворителя при температуре 20 °С, определенная по 9.3.3, кг/м³.

9.3.4.1 Результат вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака.

9.4 Выполнение измерений

Навеску измельченного исследуемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Массу навески определяют по таблице 3.

Таблица 3

Предполагаемая массовая доля жиров, %	Масса навески исследуемого продукта, г
Более 30	Не менее 0,5
От 20 до 30	0,6—0,8
От 10 до 20	0,8—1,2
Менее 10	1,2—1,7

Навеску помещают в фарфоровую ступку или фарфоровую чашку, растирают пестиком 2—3 мин, затем приливают 2 см³ растворителя предварительно откалиброванной пипеткой по 9.3.4 и вновь все растирают в течение 3 мин, фильтруют содержимое через бумажный фильтр в маленький стаканчик или другую лабораторную посуду. Фильтрат перемешивают стеклянной палочкой.

Две капли фильтрата наносят на призму рефрактометра при температуре (20,0 ± 0,1) °С и отсчитывают показатель преломления.

Показатель преломления определяют не менее трех раз и за результат испытания принимают среднеарифметическое результатов измерения.

Во избежание испарения растворителя продолжительность фильтрации и определение показателя преломления не должны превышать 30 мин.

Если определение показателя преломления проводилось не при 20 °С, то следует внести поправку. Если при проведении определения показателя преломления температура призм рефрактометра будет 15 °С—20 °С, от значения показателя преломления следует отнимать поправку, если определение будет проведено при температуре 20 °С—35 °С, то к найденному показателю преломления следует прибавить соответствующую поправку согласно приложению А.

9.5 Обработка результатов измерений

9.5.1 Массовую долю жира X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_р \cdot P_ж^{20}}{m \cdot 1000} \cdot \frac{П_р - П_{р.ж}}{П_{р.ж} - П_ж} 100, \quad (7)$$

где $V_р$ — объем растворителя, взятый для извлечения жира, см³;

$P_ж^{20}$ — плотность жира при 20 °С, кг/м³;

$П_р$ — показатель преломления растворителя;

$П_{р.ж}$ — показатель преломления раствора жира в растворителе;

$П_ж$ — показатель преломления жира;

m — масса анализируемой навески, г.

9.5.2 Массовую долю жира X_1, % в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (8)$$

где X — массовая доля жира, %;

W — массовая доля влаги в исследуемом продукте по ГОСТ 5900, %.

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

За окончательный результат определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|Y_1 - Y_2| \le r, \quad (9)$$

где Y_1 и Y_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, %, приведенный в таблице 4.

9.5.4 Характеристики погрешности определения массовой доли жира в кондитерских изделиях и полуфабрикатах при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 4.

Таблица 4

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %
Массовая доля жира	От 0 до 60	0,3	0,5	0,4

Примечания

1 При вычислении массовой доли жира используют показатели преломления и плотности жиров, приведенные в приложении Б.

2 Если в исследуемом продукте находится смесь жиров (например, масло какао в шоколаде с молоком, ореховое масло, масло какао и кондитерский жир в корпусах конфет и т.п.), показатель преломления и плотность допускается определять расчетным путем (см. приложение Г).

Показатель преломления смеси жиров допускается также определять экстрагированием жира из исследуемого продукта следующим образом. 5—10 г измельченного продукта смешивают с 15—20 см^3 этилового или петролейного эфира, хлороформа или четыреххлористого углерода, взбалтывают в течение 10 мин, вытяжку профильтровывают в колбу, растворитель полностью отгоняют, остаток подсушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 30 мин и определяют показатель преломления смеси жиров по 9.4 с учетом поправки на температуру согласно приложению В.

3 Для неизвестных жира и смеси жиров плотность принимают равной 930 кг/м^3.

4 Если исследуемый продукт содержит более 5 % воды, то ступку с навеской помещают в сушильный шкаф и подсушивают навеску при температуре 100 °С—105 °С в течение 30 мин, затем в ступку, после ее охлаждения до комнатной температуры приливают микропипеткой растворитель.

5 При хорошем растирании навески с растворителем в ступке, когда смесь перенесена на фильтр, разрешается стекающие из воронки капли раствора жира в растворителе наносить на призму рефрактометра, не дожидаясь, когда профильтруется вся смесь.

10 Рефрактометрический метод определения массовой доли жира в кондитерских изделиях, содержащих молоко и продукты его переработки

10.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении жира из навески монобром- или монохлорнафталином после предварительной обработки ее уксусной кислотой. Показатель преломления определяют после высушивания вытяжки углекислым безводным натрием.

10.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

10.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы по 9.2 со следующим дополнением.

Колба 1-1000-1 по ГОСТ 1770.

Кислота уксусная х. ч. по ГОСТ 61.

Натрий углекислый безводный х. ч. по ГОСТ 83.

Чистый речной песок.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

10.3 Приготовление раствора уксусной кислоты с массовой долей 80 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 763 см³ концентрированной уксусной кислоты с плотностью 1,049 г/см³. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

10.4 Подготовка к выполнению измерений

10.4.1 Проверка рефрактометра — по 9.3.1.

10.4.2 Определение показателя преломления растворителя — по 9.3.2.

10.4.3 Определение плотности растворителя — по 9.3.3.

10.4.4 Калибровка пипетки по растворителю — по 9.3.4.

10.5 Выполнение измерений

Навеску измельченного исследуемого продукта в количестве около 1,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в фарфоровую ступку или фарфоровую чашку.

При определении жира в кондитерских изделиях с массовой долей влаги не более 9 % (типа ирис) прибавляют к навеске 1 см³ воды, для кондитерских изделий с массовой долей влаги не менее 9 % (типа конфет из молочной массы) — 0,5 см³ воды. Навеску полностью растворяют на горячей водяной бане, затем охлаждают до комнатной температуры, прибавляют около 1 г чистого речного сухого песка и 1 см³ уксусной кислоты с массовой долей 80 %, все тщательно растирают в течение 2 мин, после чего добавляют 2 см³ монобром- или монохлорнафталина и растирают в течение 3 мин. При массовой доле влаги в кондитерском изделии не более 9 % вносят 2 г безвод-ного углекислого натрия, не менее 9 % — 1 г; тщательно перемешивают около 1 мин и фильтруют содержимое через бумажный фильтр в маленький стаканчик. Фильтрат перемешивают стеклянной палочкой.

Две капли фильтрата наносят на призму рефрактометра при температуре (20,0 ± 0,1) °С и определяют показатель преломления.

Показатель преломления определяют не менее трех раз и за результат испытания берут среднеарифметическое результатов измерения.

Если определение проводилось не при 20 °С, то следует внести поправку по 9.4 (см. приложение А).

10.6 Обработка результатов

10.6.1 Обработку результатов проводят по 9.5.

10.6.2 За окончательный результат определения массовой доли жира кондитерских изделиях, содержащих молоко и продукты его переработки, принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \qquad (10)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, %, приведенный в таблице 5.

10.6.3 Характеристики погрешности определения массовой доли жира в кондитерских изделиях, содержащих молоко и продукты его переработки, при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 5.

Таблица 5

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %
Массовая доля жира	От 0 до 60	0,5	0,8	0,6

Приложение А
(обязательное)

Поправки при рефрактометрическом определении показателей преломления раствора жира и смеси жиров в растворителе при температуре от 15 °С до 35 °С

А.1 Поправки при рефрактометрическом определении показателей преломления раствора жира и смеси жиров в растворителе при температуре от 15 °С до 35 °С приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
От найденного показателя преломления отнять		25,0	0,0022
15,0	0,0022	25,5	0,0024
15,5	0,0019	26,0	0,0026
16,0	0,0017	26,5	0,0028
16,5	0,0015	27,0	0,0030
17,0	0,0013	27,5	0,0033
17,5	0,0011	28,0	0,0035
18,0	0,0009	28,5	0,0037
18,5	0,0007	29,0	0,0039
19,0	0,0004	29,5	0,0041
19,5	0,0002	30,0	0,0043
К найденному показателю преломления прибавить		30,5	0,0045
20,5	0,0002	31,0	0,0048
21,0	0,0004	31,5	0,0050
21,5	0,0006	32,0	0,0052
22,0	0,0009	32,5	0,0055
22,5	0,0011	33,0	0,0057
23,0	0,0013	33,5	0,0059
23,5	0,0015	34,0	0,0061
24,0	0,0017	34,5	0,0063
24,5	0,0019	35,0	0,0066

Приложение Б
(обязательное)

Показатели преломления и плотности жиров при температуре 20 °С

Б.1 Показатели преломления и плотности жиров при 20 °С приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Наименование жиров	Плотность, кг/м^3	Показатель преломления
Масло какао	937,0	1,4647
Жир специального назначения — кондитерский жир	928,0	1,4674
Маргарин	928,0	1,4690
Соевое масло	922,0	1,4756
Подсолнечное масло	924,0	1,4736
Молочный жир	930,0	1,4637
Кукурузное масло	920,0	1,4745
Кокосовое масло	928,0	1,4567
Кунжутное масло	918,0	1,4730
Концентраты фосфатидные	922,0	1,4746
Эквивалент масла какао	*	*
Улучшитель масла какао SOS-типа	*	*
Заменитель масла какао нетемперируемый нелауринового типа	*	*
Заменитель масла какао нетемперируемый лауринового типа	*	*
Заменитель масла какао POP-типа	*	*
Масло орехов: кешью миндаля фундука	 912,0 912,0 912,0	 1,4692 1,4707 1,4706
Масло арахиса	914,0	1,4704
Масло ядра абрикосовой косточки	918,0	1,4715
Свиной топленый жир	917,0	1,4712
* Значение показателя устанавливается конкретным изготовителем.		

Приложение В
(обязательное)

Поправки при рефрактометрическом определении показателя преломления жира и смеси жиров при температуре от 15 °С до 35 °С

В.1 Поправки при рефрактометрическом определении показателя преломления жира и смеси жиров при температуре от 15 °С до 35 °С приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
От найденного показателя преломления отнять		25,0	0,0018
15,0	0,0017	25,5	0,0019
15,5	0,0015	26,0	0,0021
16,0	0,0014	26,5	0,0023
16,5	0,0012	27,0	0,0024
17,0	0,0010	27,5	0,0026
17,5	0,0008	28,0	0,0028
18,0	0,0007	28,5	0,0030
18,5	0,0005	29,0	0,0031
19,0	0,0003	29,5	0,0033
19,5	0,0002	30,0	0,0035
К найденному показателю преломления прибавить		30,5	0,0037
20,5	0,0002	31,0	0,0038
21,0	0,0004	31,5	0,0040
21,5	0,0005	32,0	0,0042
22,0	0,0007	32,5	0,0043
22,5	0,0009	33,0	0,0045
23,0	0,0011	33,5	0,0047
23,5	0,0012	34,0	0,0049
24,0	0,0014	34,5	0,0050
24,5	0,0016	35,0	0,0052

Приложение Г
(справочное)

Пример расчета показателя преломления и плотности смеси жиров в кондитерских изделиях

Г.1 Расчет показателя преломления и плотности смеси жиров на примере рецептуры конфет «Кара-Кум» приведен в таблице Г.1.

Таблица Г.1

Наименование сырья	Массовая доля сухих веществ, %	Общий расход сырья на 1 т незавернутых конфет, кг		Массовая доля жира m_j		Коэффициент преломления жира при 20 °С n_r^{20}	$m_j \cdot n_j^{20}$	Плотность жира при 20 °С $\rho_ж^{20}$	$m_j \cdot \rho_ж^{20}$
		в натуре	в сухом веществе	%	кг				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Шоколадная глазурь	99,10	303,20	300,50	35,90	108,80	1,4647	159,3594	937	101945,6
Сахарный песок	99,85	194,10	193,80	—	—	—	—	—	—
Сахарная пудра	99,85	191,00	190,70	—	—	—	—	—	—
Ядро миндаля жареное	97,50	97,00	94,60	55,00	53,30	1,4707	78,3883	912	48609,6
Какао тертое	97,40	96,10	93,60	54,00	51,90	1,4647	76,0179	937	48630,3
Масло сливочное	84,00	28,10	23,60	82,50	23,20	1,4637	33,9578	930	21576,0
Масло какао	100,00	76,30	76,30	100,00	76,30	1,4647	111,7566	937	71493,1
Вафли	95,50	45,70	43,60	—	—	—	—	—	—
Ванилин	—	0,19	—	—	—	—	—	—	—
Разжижитель (СФК)	98,50	0,13	0,13	98,50	0,13	1,4746	0,1917	922	119,86
ИТОГО	—	1031,82	1016,83	—	313,63	—	459,6717	—	292374,46

Примечания

1 Для расчета коэффициента преломления смеси жиров следует полученную сумму произведений масс жира на коэффициент преломления (графа 8) отнести к сумме масс жира (графа 6)

$$n^{20} = \frac{459{,}6717}{313{,}63} = 1{,}4656.$$

2 Для расчета плотности смеси жиров следует полученную сумму произведений масс жира на плотность жира (графа 10) отнести к сумме масс жира (графа 6)

$$\rho_ж^{20} = \frac{292374{,}46}{313{,}63} = 932{,}2 \text{ кг/м}^3.$$

УДК 663.918.4:006.354 ОКС 67.190 Н42 ОКП 91 2500

Ключевые слова: изделия кондитерские, методы определения массовой доли жира, рефрактометрический метод, экстракционно-весовой метод, показатель преломления

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Г. Гришунина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 29.11.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,89. Тираж 29 экз. Зак. 1250.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru