МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34551— 2019

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли белка

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИКП — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004— 97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 августа 2019 г. № 502-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34551—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2020 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

В Российской Федерации 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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы 2
7 Сущность метода 3
8 Отбор и подготовка проб 3
9 Подготовка к проведению измерений 3
10 Проведение измерений 4
11 Обработка результатов измерений 5
12 Контроль точности результатов измерений 6

Поправка к ГОСТ 34551—2019 Изделия кондитерские. Метод определения массовой доли белка

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли белка

Confectionery. Method for determination of mass fraction of protein

Дата введения — 2020—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, полуфабрикаты кондитерского производства и устанавливает метод определения массовой доли белка методом Кьельдаля.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

Издание официальное

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . (93,3—107) кПа;
- относительная влажность воздуха. . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети. . . . . (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации 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 метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Оборудование для автоматического или полуавтоматического определения белка методом Кьельдаля.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,001 г.

Цилиндры мерные 1(3)-10-1, 1(3)-50-1, 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 2) °С.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Стаканы В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-100-1, 2-500-1, 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Колбы типа Кн исполнения 1 вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;
Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Палочки стеклянные.
Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, х. ч.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.
Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.
Калий сернокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.
Метиловый красный, ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 80,0 % ($C_{15}H_{15}N_3O_2$).
Бромкрезоловый зеленый, ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 85 % ($C_{21}H_{13}Br_4NaO_5S$).
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5952 или по нормативным документам государства, принявшего настоящий стандарт.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и посуды с техническими характеристиками, обеспечивающих необходимую точность измерения, не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли общего азота после минерализации анализируемой пробы исследуемого продукта концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сульфата аммония, переведении его в аммиак, отгонке аммиака и его титриметрическом определении с последующим пересчетом полученных результатов на массовую долю белка с использованием коэффициентов пересчета азота на общий белок.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = 0,05 моль/$дм^3$ (0,1 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ приливают 400—500 $см^3$ дистиллированной воды, медленно и осторожно при перемешивании добавляют 2,7 $см^3$ концентрированной серной кислоты с плотностью 1,84 г/$см^3$. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес.

9.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ приливают 400—500 $см^3$ дистиллированной воды, осторожно при перемешивании добавляют 4,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

9.3 Допускается приготовление растворов из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

9.4 Определение коэффициента поправки и обращение с титрованными растворами — по ГОСТ 25794.1.

9.5 Приготовление смешанного индикатора

Растворяют 0,2 г метилового красного и 0,1 г бромкрезолового зеленого в 100 $см^3$ этилового спирта.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

9.6 Приготовление катализатора для минерализации

Растирают и перемешивают в ступке 0,2 г сульфата меди и 7,0 г сульфата калия.

9.7 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 30 %

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ приливают 350 $см^3$ дистиллированной воды, осторожно при перемешивании добавляют 150 г гидроокиси натрия.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

10 Проведение измерений

10.1 Подготовка прибора к измерениям

Проводят проверку работы оборудования для минерализации и системы очистки воздуха от паров серной кислоты.

10.2 Минерализация образцов

Из усредненной гомогенной пробы исследуемых кондитерских изделий и полуфабрикатов кондитерского производства взвешивают навеску и помещают в колбу Кьельдаля для минерализации.

Масса навески составляет для образцов:

мучных кондитерских изделий — 0,8—1,0 г;

шоколада и конфет — 0,7—0,8 г;

карамели — 1,5—2,0 г;

фруктового (овощного), желейно-фруктового, желейного мармелада и пастильных изделий (неглазированных) — 2,0—2,5 г;

жевательного мармелада на основе студнеобразователя желатина — 0,5—0,8 г;

сбивных кондитерских изделий (глазированных) — 0,8—1,0 г;

прочих кондитерских изделий и полуфабрикатов кондитерского производства — 0,5—2,5 г.

Добавляют катализатор, затем с помощью мерного цилиндра осторожно приливают 15 $см^3$ концентрированной серной кислоты (для пастильных изделий используют 20 $см^3$ концентрированной серной кислоты).

Подготавливают оборудование для проведения минерализации (в соответствии с инструкцией по эксплуатации оборудования). Подготовленные колбы помещают в минерализатор и нагревают при температуре 60 °С в течение 20 мин.

Рекомендуемые режимы минерализации:

- мучных кондитерских изделий группы печенья и рулетов — при температуре 420 °С в течение 30 мин;
- вафель — при температуре 400 °С в течение 30 мин;
- шоколада, конфет, карамели, мармелада и пастильных изделий — при температуре 440 °С в течение 20 мин;
- прочих кондитерских изделий и полуфабрикатов кондитерского производства — при температуре 440 °С в течение 30 мин.

Минерализацию считают законченной, когда содержимое колбы станет прозрачным, бесцветным или слегка зеленоватым, при этом наличие черных частиц на стенках колбы не допускается (при наличии черных частиц на стенках колбы время минерализации увеличивают).

После минерализации проводят отгонку аммиака. Для этого в приемную колбу вместимостью 250 $см^3$ с помощью мерного цилиндра добавляют 25,0 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$ (0,1 н). В реакционную массу автоматически добавляются 70 $см^3$ дистиллированной воды и 80 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 30 %. Проводят отгонку аммиака с водяным паром в приемную колбу.

Избыток серной кислоты оттитровывают при перемешивании 0,1 моль/$дм^3$ раствором гидроокиси натрия (0,1 н) при добавлении пяти капель смешанного индикатора. Рассчитывают содержание белка с учетом коэффициента пересчета азота на белок.

Допускается определение конечной точки титрования потенциометрическим методом по изменению pH или с помощью колориметрического датчика при использовании автоматических систем опре-

деления белка методом Кьельдаля. Переход окраски при титровании 0,1 моль/дм^3 раствором гидроокиси натрия при добавлении смешанного индикатора происходит при pH 6,9—7,1.

Проводят контрольный опыт. Для этого определяют объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия (0,1 н), израсходованного на титрование 25,0 см^3 0,05 моль/дм^3 раствора серной кислоты (0,1 н), A, см^3.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую долю азота N, %, в образце вычисляют по формуле

$$N = \frac{(A - V) \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где A — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование раствора серной кислоты в контрольном опыте, см^3;

V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование серной кислоты в испытуемом растворе, см^3;

K — поправочный коэффициент к титру 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия;

0,0014 — количество азота, эквивалентное 1 см^3 0,05 моль/дм^3 раствора серной кислоты;

m — масса навески образца, г.

11.2 Массовую долю белка C, %, вычисляют по формуле

$$C = N \cdot K_б, \quad (2)$$

где N — массовая доля азота, %;

$K_б$ — коэффициент пересчета азота на белок;

6,38 — для кондитерских изделий, изготовленных только на основе молока и молочных продуктов и/или сахара, жира (ирис, белый шоколад, белая шоколадная глазурь и др.);

5,30 — для шоколада и глазури без добавлений;

5,94 — для молочного шоколада и молочной шоколадной глазури;

5,83 — для мучных кондитерских изделий группы печенья, изготовленных без добавления молочных и яичных продуктов;

5,79 — для овсяного печенья;

6,25 — для прочих кондитерских изделий и полуфабрикатов кондитерского производства.

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

За окончательный результат определения массовой доли белка принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости:

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot C_{ср}, \quad (3)$$

где C_1 и C_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных измерений, приведенный в таблице 1, %;

$C_{ср}$ — среднеарифметическое значение C_1 и C_2, %.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений массовой доли белка, %	Предел повторяемости (сходимости) при $P = 0{,}95$ ($n = 2$) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости при $P = 0{,}95$ ($m = 2$) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0{,}95$ $\pm \delta$, %
От 0,1 до 3,0 включ.	8,0	13,0	9,0
Св. 3,0 до 50,0 включ.	4,5	6,5	5,0

11.3 Результат определения массовой доли белка представляют в виде:

$$(C_{ср} \pm \Delta) \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли белка, %;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений массовой доли белка, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot C_{ср}, \quad (5)$$

где δ — значение относительной погрешности измерений массовой доли белка, приведенное в таблице 1, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, приведенными в таблице 1.

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

12 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 6.2).

УДК 664.14:543.06:006.35 МКС 67.050

Ключевые слова: изделия кондитерские, массовая доля белка, метод Кьельдаля, режимы минерализации, общий азот, коэффициент пересчета азота на белок

БЗ 7—2019/117

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.08.2019. Подписано в печать 11.09.2019. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40 Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 34551—2019 Изделия кондитерские. Метод определения массовой доли белка

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

gost.e-ecolog.ru