МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34845— 2022

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ, БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ДОБАВКИ К ПИЩЕ

Метод определения массовой доли золы

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 Федеральным государственным бюджетным учреждением науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 526 «Функциональные пищевые продукты»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 апреля 2022 г. № 150-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» 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 30 мая 2022 г. № 418-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34845—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 16 января 2023 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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Требования безопасности 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы 3
7 Отбор и подготовка проб к озолению 3
8 Порядок проведения испытания 4
9 Обработка и оформление результатов 4
10 Метрологические характеристики 5
11 Контроль качества результатов измерений в лаборатории 6
Библиография 7

Введение

Определение массовой доли золы является необходимым условием для расчета пищевой ценности всей специализированной пищевой продукции и биологически активных добавок к пище для определения минерального состава продукции в соответствии с [1]—[3], а также нормируется как показатель в отдельных видах специализированной пищевой продукции в соответствии с [1].

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

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ, БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ДОБАВКИ К ПИЩЕ

Метод определения массовой доли золы

Specialized food products, dietary supplements. Method for determining the mass fraction of ash

Дата введения — 2023—01—16

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на специализированную пищевую продукцию (СПП) и биологически активные добавки (БАД) к пище и устанавливает метод определения массовой доли золы методом сухого озоления.

Диапазон измерений массовой доли золы от 0,01 % до 35,0 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 18710 Электромиксеры бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19423 Электрокофемолки бытовые. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ 33999 Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая диетического лечебного и диетического профилактического питания. Термины и определения

ГОСТ 34006 Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая для питания спортсменов. Термины и определения

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ IEC 60335-2—14 Бытовые и аналогичные электрические приборы. Безопасность. Часть 2—14. Частные требования к кухонным машинам

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

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 по указателям 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 ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1]—[3][3), 4)], ГОСТ 33999, ГОСТ 34006, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля золы:** Отношение количества несгораемых минеральных веществ, полученных после сжигания навески, к массе навески продукции, взятой для анализа, выраженное в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на разложении органических веществ в пробе СПП или БАД к пище путем сжигания в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С и определении массовой доли золы.

5 Требования безопасности

5.1 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.004, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.2 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

5.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

[3)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 57103—2016 «Продукция пищевая специализированная. Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции».

[4)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 57573—2017 «Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая для детского питания. Термины и определения».

5.4 Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий среднее специальное или высшее профессиональное образование, освоивший метод определения массовой доли золы.

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

6.1 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более ±0,0001 г.

6.2 Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима (550 ± 25) °С.

6.3 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые по ГОСТ 14919.

6.4 Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 (осушающее вещество — кальций хлористый).

6.5 Тигли и чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

6.6 Щипцы тигельные.

6.7 Электрокофемолка бытовая или мельница лабораторная по ГОСТ 19423.

6.8 Блендер по ГОСТ IEC 60335-2-14.

6.9 Электромиксеры бытовые по ГОСТ 18710.

6.10 Электромясорубка по ГОСТ 20469.

6.11 Мясорубка по ГОСТ 4025.

6.12 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

6.13 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима (110 ± 2) °С.

6.14 Кальций хлористый по ГОСТ 450, технический.

6.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7 Отбор и подготовка проб к озолению

7.1 Всю используемую посуду сначала промывают раствором азотной кислоты по ГОСТ 4461 и дистиллированной водой по ГОСТ 6709 в соотношении 1:1, затем большим количеством водопроводной воды и после ополаскивают три-четыре раза дистиллированной водой.

7.2 Отбор проб — по нормативным документам для различных видов СПП и БАД к пище, действующим на территории государства, принявшего стандарт[1)].

7.2 Приготовление средней пробы

7.2.1 Подготовку к анализу сухих однородных проб СПП и БАД к пище не осуществляют. Сухие немелкоизмельченные пробы СПП и БАД к пище измельчают на оборудовании, предназначенном для измельчения пищевого сырья и пищевых продуктов. БАД к пище в виде таблеток и капсул вследствие их однородности, подтвержденной производителями, могут быть озолены в неизмельченном виде (навески для БАД к пище в пределах 1—1,5 г в зависимости от веса таблеток или капсул).

БАД к пище в виде капсул с жидким содержимым (если это не масло) или смешанным содержимым (сухим и жидким) перед озолением высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С, предварительно проколов оболочку капсул. Если содержимое капсул БАД к пище — масло, то озоление проводят сразу в муфельной печи, предварительно проколов оболочку капсул, поднимают температуру по 4 °С/мин до температуры (550 ± 25) °С.

7.2.2 Жидкие пробы, такие как вода, соки без мякоти, бальзамы, сиропы, не подвергают дополнительному перемешиванию. В случае неоднородности жидких проб (соки с мякотью) проводят перемешивание блендером.

7.2.3 Пробы (колбаса, сосиски и другие подобные пробы) измельчают в мясорубке, электромясорубке или другом оборудовании, предназначенном для измельчения пищевых продуктов.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 57103—2016 «Продукция пищевая специализированная. Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции».

7.3 Из однородной пробы, приготовленной для испытания, выделяют 20 г продукта. Навеску, взятую из средней пробы испытуемого образца (для сухих образцов — массой 1,0—1,5 г, для жидких образцов — 4,0—5,0 г), взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака и помещают в чистый, предварительно высушенный в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С, охлажденный в эксикаторе (в качестве осушителя используют хлористый безводный кальций по ГОСТ 450, который необходимо сушить в эксикаторе один раз в месяц) до температуры окружающей среды и взвешенный фарфоровый тигель с точностью до 0,0001 г (для сухих проб) и/или взвешенную фарфоровую чашку с точностью до 0,0001 г (для жидких, влажных, пастообразных проб и всех БАД к пище в таблетках и капсулах). Каждую пробу берут в двух навесках и взвешивают с точностью до 0,0001 г.

Все жидкие и влажные пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С.

8 Порядок проведения испытания

8.1 Подготовка к проведению испытания

На дно чистого и просушенного эксикатора помещают осушитель (хлористый безводный кальций по ГОСТ 450) так, чтобы он заполнял 1/3 его объема. Края крышки эксикатора смазывают вакуумной смазкой. Крышка должна плотно прилегать к основанию эксикатора.

8.2 Условия проведения озоления

При подготовке к проведению озоления соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %.

8.3 Проведение испытания

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

Содержимое фарфорового тигля (фарфоровой чашки) озоляют в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С в течение 8 ч (подъем температуры проводят со скоростью 4 °С/мин).

Озоление проводят до получения зольного остатка белого или светло-серого цвета без темных вкраплений. При наличии темных вкраплений в пробах в фарфоровые тигли (фарфоровые чашки) наливают 3 $см^3$ дистиллированной воды, выдерживают 2 ч на химическом столе при комнатной температуре, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С и повторяют озоление в течение 4 ч при температуре (550 ± 25) °С. По окончании озоления фарфоровые тигли (фарфоровые чашки) достают щипцами из остывшей до температуры 50 °С—60 °С муфельной печи, помещают в эксикатор на 30—40 мин и взвешивают до 0,0001 г. Результаты взвешиваний записывают до четвертого знака после запятой. Озоление проб проводят до постоянной массы (разность двух последних взвешиваний не должна превышать 0,001 г).

9 Обработка и оформление результатов

Массовую долю золы x, %, вычисляют по формуле

$$x = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса фарфорового тигля (фарфоровой чашки), г;

m_1 — масса фарфорового тигля (фарфоровой чашки) с навеской СПП или БАД к пище, г;

m_2 — масса фарфорового тигля (фарфоровой чашки) с золой, г.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (пункт 3.14), если выполняется условие приемлемости по 10.1.

Результат определения массовой доли золы регистрируют в протоколе испытаний с указанием настоящего стандарта в виде

$$\overline{x} \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95, \quad (2)$$

где $\overline{x}$ — среднее арифметическое массовой доли золы двух параллельных результатов измерений, признанных приемлемыми по 10.1, %,

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения массовой доли золы, %, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{x}, \quad (3)$$

где δ — значение относительной погрешности, %, при $P = 0{,}95$ (см. таблицу 1).

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности. Значение границ абсолютной погрешности выражают числом, содержащим не более двух значащих цифр (вычисление проводят до второго десятичного знака).

Если массовая доля золы выходит за пределы нижней границы диапазона измерений, то приводят следующую запись в журнале: «Массовая доля золы менее 0,01 %».

10 Метрологические характеристики

10.1 Повторяемость

Расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными за короткий промежуток времени одним методом на одном испытуемом образце в одной лаборатории одним и тем же оператором, работавшим на одном и том же оборудовании, не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\overline{x}} \cdot 100\ \% \le r, \quad (4)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r — относительное значение предела повторяемости (см. таблицу 1).

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2).

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя средними результатами испытаний, полученными одним методом на одном испытуемом образце разными операторами, работавшими на разном оборудовании и в разных лабораториях, не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{\overline{X}}} \cdot 100\ \% \le R, \quad (5)$$

где X_1 и X_2 — средние арифметические результатов параллельных измерений, полученных в разных лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое двух результатов, полученных в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости (см. таблицу 1).

При превышении предела воспроизводимости выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3).

10.3 Показатели качества метода

Диапазон измерений и значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли золы, %	Предел повторяемости $r_{отн}$ при P = 0,95, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$ при P = 0,95, %	Показатель точности (границы относительной погрешности δ при P = 0,95), %
0,01—2,00	1	2	2
2,01—10,00	5	6	8
10,01—35,00 включ.	18	20	26

Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента, проведенного в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (раздел 5) с участием трех лабораторий, в каждой из которых исследовали по 15 проб.

11 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

Периодичность и процедуры контроля качества (мониторинга достоверности) результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 (подраздел 7.7).

Контроль стабильности результатов измерений осуществляют в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 027/2012 — О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 — Пищевая продукция в части ее маркировки

[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2011 — Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств

УДК 613.2:612.392.9:615.32:543.632.22:006.354 МКС 67.040

Ключевые слова: массовая доля золы, продукция пищевая специализированная, биологически активные добавки к пище, метод сухого озоления

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 31.05.2022. Подписано в печать 16.06.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,19.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru