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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 5672— 2022**

# ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

## Методы определения массовой доли сахара

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 автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 003 «Хлебобулочные и макаронные изделия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 8 июня 2022 г. № 152-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 |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Институт стандартизации Молдовы |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2022 г. № 531-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5672—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5672—68

*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 . . . . . 3
4 Условия проведения анализа . . . . . 3
5 Требования безопасности . . . . . 3
6 Отбор и подготовка проб . . . . . 3
7 Перманганатный метод (метод Бертрана) . . . . . 6
8 Ускоренный метод горячего титрования . . . . . 11
9 Метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод) . . . . . 13
Приложение А (обязательное) Масса сахаров (в пересчете на сахарозу) в 20 $см^3$ анализируемого раствора после гидролиза . . . . . 16
Приложение Б (справочное) Проведение измерений массовой доли сахара на анализаторе ИНФРАСКАН-3150 . . . . . 19
Библиография . . . . . 20

МКС 67.060

**Поправка к ГОСТ 5672—2022 Изделия хлебобулочные. Методы определения массовой доли сахара**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Подраздел 6.2 | Измельчитель ножевой электрический.<br>Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336. | Измельчитель ножевой электрический.<br>Мешалка магнитная.<br>Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336. |
| Пункт 7.5.2, формула 4 | $X_2 = \frac{m_2 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_4 \cdot 20 \cdot 100} \cdot \frac{100}{100 - W}$, | $X_2 = \frac{m_2 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_4 \cdot 20 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - W}$, |

(ИУС № 11 2023 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 ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

## Методы определения массовой доли сахара

Bakery products. Methods for determination of sugar content

**Дата введения — 2023—07—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хлебобулочные изделия, в том числе специализированные, и устанавливает перманганатный (метод Бертрана) ускоренный метод горячего титрования и метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод) для определения массовой доли сахара.

Перманганатный метод (метод Бертрана) применяют при возникновении разногласий в оценке качества.

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

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

**Издание официальное**

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5667 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 5833 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 5839 Реактивы. Натрий щавелевокислый. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

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 9846 Хлебцы хрустящие. Технические условия

ГОСТ 11270 Изделия хлебобулочные. Соломка. Общие технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21094 Хлеб и хлебобулочные изделия. Метод определения влажности

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30317** Изделия хлебобулочные сухарные. Общие технические условия

ГОСТ 32124 Изделия хлебобулочные бараночные. Общие технические условия

ГОСТ 32677 Изделия хлебобулочные. Термины и определения

ГОСТ 33756 Упаковка потребительская полимерная. Общие технические условия

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

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.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 54645—2011.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1]—[3] и ГОСТ 32677, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля сахара в хлебобулочных изделиях:** Массовая доля сахаров (в пересчете на сахарозу), определенная в соответствии с методами, изложенными в настоящем стандарте, и выраженная в процентах в пересчете на 100 г целого изделия или на сухие вещества мякиша изделия.

## 4 Условия проведения анализа

4.1 При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 85 %.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

4.2 К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие профессиональное образование, освоившие настоящую методику, прошедшие обучение работе с приборами и соответствующий инструктаж по технике безопасности.

## 5 Требования безопасности

5.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019.

5.4 Организация обучения персонала безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

5.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

## 6 Отбор и подготовка проб

### 6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб хлебобулочных изделий — по ГОСТ 5667.

6.1.2 Отбор проб бараночных изделий — по ГОСТ 32124.

6.1.3 Отбор проб сухарных хлебобулочных изделий — по ГОСТ 30317.

6.1.4 Отбор проб хрустящих хлебцев — по ГОСТ 9846.

6.1.5 Отбор проб соломки, хлебных палочек — по ГОСТ 11270.

### 6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (2) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры (60 ± 2) °С.

Измельчитель ножевой электрический.

Воронка В-75–110 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2–250–34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1 (2а)–100 (200, 250, 1000)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1 (3)–50 (250, 500) по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–2–5 (10) по ГОСТ 29169.

Пипетка 2–2–50 по ГОСТ 29169.

Стаканы В (Н)-1–400 (800) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН–34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Бутылка из полиэтилена высокой плотности (низкого давления) (ПЭВП) или полипропилена (ПП) вместимостью 1 $дм^3$ по ГОСТ 33756.

Ступка 4 (5) по ГОСТ 9147.

Доска разделочная.

Нож.

Терка.

Шпатель.

Палочки стеклянные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вата хлопковая по ГОСТ 5556.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч., ч. д. а., х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч., ч. д. а., х. ч.

Метиловый красный (индикатор).

Спирт этиловый экстра по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

### 6.3 Подготовка проб мякиша

6.3.1 Пробы мякиша используют для определения массовой доли сахаров как показателя качества на соответствие требованиям нормативных документов, в соответствии с которыми производятся и могут быть идентифицированы хлебобулочные изделия.

В изделиях, у которых мякиш отграничен и легко отделяется от корки (булки, халы, сдобы, за исключением слойки), анализируют только мякиш. В остальных изделиях (баранки, сухари, хлебцы, соломки, хлебные палочки, слойки) анализируют образец с коркой. Масса выделенной пробы должна быть не менее 40 г.

6.3.2 При подготовке к проведению измерений штучных хлебобулочных изделий массой менее 0,2 кг берут целые изделия, с которых срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок (ломоть) массой от 70 до 110 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм;

- у образца, состоящего из части изделия, срезают с одной стороны заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм. Затем отрезают кусок (ломоть) массой от 70 до 110 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.4 При подготовке к проведению измерений изделий в нарезанном виде из середины изделия берут несколько кусков (ломтей) общей массой от 70 до 110 г, срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.5 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) из изделий удаляют включения и отделку, кроме изделий с маком и орехами, и измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

6.3.6 Из кусков изделий, подготовленных по 6.3.2—6.3.5, удаляют все включения и поверхностную отделку (кроме изделий, подготовленных по 6.3.5), затем их измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и сразу же берут навески.

### 6.4 Подготовка проб целого изделия

6.4.1 Пробы целого изделия используют для определения массовой доли сахаров как показателя пищевой ценности готовой продукции.

Из хлебобулочных изделий, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.), вырезают часть, в которой соотношение между количеством мякиша, корки, начинки (цукатов, винограда сушеного, орехов, мака и др.), отделки, обсыпки и т. д. такое же, как и в целом изделии. Масса выделенной пробы должна быть не менее 50 г.

6.4.2 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой менее 0,1 кг изделия анализируют целиком.

6.4.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой от 0,1 до 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на две равные части;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм [у изделий в нарезанном виде отделяют первый заветренный кусок (ломоть)]. Оставшуюся часть изделия разрезают на две равные части.

6.4.4 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на четыре равные части. Из хлебобулочных изделий округлой формы допускается вырезать сегмент массой не менее 50 г таким образом, чтобы линии среза проходили через центр изделия;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм [у изделий в нарезанном виде отделяют первый заветренный кусок (ломоть)]. Оставшуюся часть изделия разрезают на четыре равные части.

6.4.5 Порядок подготовки к проведению измерений штучных хлебобулочных изделий специфической формы устанавливают в нормативных документах на эти изделия.

6.4.6 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) хлебобулочные изделия вместе с включениями и отделкой измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

6.4.7 Куски изделий, подготовленные по 6.4.2—6.4.6, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром и т. п.), измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и сразу же берут навески.

Начинку и крупные включения рекомендуется предварительно отделять от основы, измельчать отдельно и соединять с измельченной основой. Однородные начинки допускается предварительно не измельчать.

### 6.5 Подготовка реактивов

#### 6.5.1 Приготовление раствора сернокислого цинка (II)

В стакане вместимостью 800 $см^3$ растворяют 150 г 7-водного сернокислого цинка (II) в 200—400 $см^3$ дистиллированной воды. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 — не более 3 мес.

#### 6.5.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 4 %

В стакане вместимостью 400 $см^3$ растворяют 40 г гидроокиси натрия в 200 $см^3$ дистиллированной воды. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в полимерных бутылках из полиэтилена высокой плотности (низкого давления) (ПЭВП) или полипропилена (ПП) в условиях по 4.1 — не более 1 мес.

#### 6.5.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %

В стакане вместимостью 800 $см^3$ растворяют 100 г гидроокиси натрия в 400 $см^3$ дистиллированной воды. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в полимерных бутылках из ПЭВП (низкого давления) или ПП в условиях по 4.1 — не более 1 мес.

**6.5.4 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %**

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ вносят 400 $см^3$ дистиллированной воды, затем постепенно, избегая перегрева, вносят 500 $см^3$ соляной кислоты. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде на поддоне под тягой в условиях по 4.1 — не более 12 мес.

**6.5.5 Приготовление раствора метилового красного**

Спиртовой раствор метилового красного готовят по ГОСТ 4919.1—2016 (таблица 1, пункт 24).

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 — не более 6 мес.

### 6.6 Приготовление водной вытяжки из продукта

Навеску пробы, подготовленную по 6.3 или 6.4, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 250 $см^3$. Навеску берут с таким расчетом, чтобы массовая доля сахара в растворе была приблизительно 0,5 % . Рекомендуемые массы навесок, в зависимости от предполагаемого содержания сахара в пересчете на сухое вещество, представлены в таблице 1.

Таблица 1

| Предполагаемая массовая доля сахара в пересчете на сухие вещества, % | Масса навески, г, в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$ | Масса навески, г, в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ |
|---|---|---|
| 0,1—5,0 | 16 | 20 |
| 6—10 | 12,5 | 15,0 |
| 11—15 | 8 | 10 |
| 16—20 | 6 | 7 |

Предварительно на мерной колбе (заполнив ее дистиллированной водой) делают отметку, соответствующую увеличению объема сверх 200 или 250 $см^3$ за счет якоря магнитной мешалки (метка № 2). В колбу с навеской осторожно опускают якорь магнитной мешалки и на три четверти от объема колбы заполняют ее дистиллированной водой. Включают магнитную мешалку и перемешивают в течение 20 мин. Обороты магнитной мешалки подбирают так, чтобы перемешивание происходило по всему объему колбы. Затем прибавляют 10 $см^3$ раствора сернокислого цинка, приготовленного по 6.5.1, 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 6.5.2, и продолжают перемешивание в течение 1 мин. Отключают магнитную мешалку, добавляют в колбу дистиллированную воду до метки № 2, перемешивают, отключают мешалку и оставляют стоять 10 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют в сухую колбу через складчатый фильтр или через вложенный в узкую часть воронки ватный тампон.

### 6.7 Гидролиз сахарозы

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ фильтрата, приготовленного по 6.6, и прибавляют к нему 5 $см^3$ соляной кислоты, приготовленной по 6.5.4. Колбу погружают в нагретую до температуры (60 ± 2) °С водяную баню и выдерживают 16 мин при этой температуре, периодически перемешивая. Затем содержимое колбы быстро охлаждают до температуры (20 ± 5) °С, прибавляют две-три капли метилового красного, приготовленного по 6.5.5, и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия, приготовленного по 6.5.3, до перехода окраски от красной к желтой. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Полученный раствор используют для проведения измерений (анализируемый раствор).

## 7 Перманганатный метод (метод Бертрана)

### 7.1 Сущность метода

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе окисную медь (II) в закисную (I). Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества хлебобулочных изделий.

Определение массовой доли сахара проводят путем восстановления окисного железа (III) закисью меди (I) и последующего титрования образующейся закиси железа (II) марганцовокислым калием.

### 7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Трубка Аллина.

Вата стеклянная.

Асбест (хризотил) длинноволокнистый и коротковолокнистый.

Воронки ВФ-1-40 (60) ПОР 40 (100, 160) ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом 1—500 по ГОСТ 25336.

Стаканы В (Н)-1—400 (1000) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1 (3)—250 (500) по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1 (2а)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетка 1 (2)-2—20 по ГОСТ 29169.

Бюретка I-1-2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Палочки стеклянные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная pH 0–12.

Медь(II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а., х. ч.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч., ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч., ч. д. а., х. ч.

Квасцы железоаммонийные, ч., ч. д. а., х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) марганцовокислого калия молярной концентрации $c$ (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н) или марганцовокислый калий по ГОСТ 20490, ч. д. а., х. ч.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839, ч., ч. д. а., х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

### 7.3 Подготовка к измерению

#### 7.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (II) (раствор Фелинга 1)

В мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ помещают 40,00 г 5-водной сернокислой меди (II), растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в химической посуде, изготовленной из темного стекла, в условиях по 4.1 — не более 3 мес.

#### 7.3.2 Приготовление щелочного раствора виннокислого калия-натрия (раствор Фелинга 2)

В стакане вместимостью 1000 см$^3$ 200 г 4-водного виннокислого калия-натрия растворяют при слабом нагревании в 400 см$^3$ дистиллированной воды (при наличии осадка или взвешенных частиц раствор фильтруют). В стакане вместимостью 1000 см$^3$ 150 г гидроокиси натрия растворяют в 200 см$^3$ дистиллированной воды.

Оба раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 — не более 3 мес.

**7.3.3 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов**

В стакане вместимостью 1000 см$^3$ растворяют 86,00 г железоаммонийных квасцов в 500 см$^3$ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, осторожно прибавляют 108 см$^3$ серной кислоты, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор железоаммонийных квасцов не должен содержать железа (II). При прибавлении к нему одной-двух капель раствора марганцовокислого калия (см. 7.3.4) должна появляться розовая окраска, устойчивая не менее 1 мин. Если розовая окраска исчезает менее чем за 1 мин, то снова добавляют марганцовокислый калий в количестве, необходимом для появления устойчивой слабо-розовой окраски.

Раствор хранят в химической посуде, изготовленной из темного стекла, в защищенном от света месте в условиях по 4.1 — не более 1 мес.

**7.3.4 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации $c$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н)**

Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации $c$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.2—83 (пункт 2.8) или из стандарт-титра (фиксанал) марганцовокислого калия молярной концентрации $c$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н) в соответствии с инструкцией к стандарт-титру.

Раствор хранят в химической посуде, изготовленной из темного стекла, в защищенном от света месте в условиях по 4.1 — не более 6 мес. Коэффициент поправки раствора марганцовокислого калия допускается проверять один раз в 2 мес по ГОСТ 25794.2—83 (подпункт 2.8.3.1).

Коэффициент поправки для 0,1 н раствора марганцовокислого калия $K$ вычисляют по формуле

$$K = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 67{,}00 \cdot 0{,}1}, \quad (1)$$

где $m$ — масса навески щавелевокислого натрия, г;

1000 — коэффициент для пересчета объема из дм$^3$ в см$^3$, см$^3$/дм$^3$;

$V$ — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование, см$^3$;

67,00 — молярная масса эквивалента щавелевокислого натрия, г/моль;

0,1 — молярная концентрация эквивалента (0,1 н) щавелевокислого натрия (1/2 $Na_2C_2O_4$), моль/дм$^3$.

Определение проводят в двух повторностях. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

**7.3.5 Приготовление асбестового фильтра**

7.3.5.1 Подготовка асбеста (при необходимости)

Асбест на 24 ч заливают небольшим количеством раствора соляной, серной или азотной кислоты, разбавленной 1:2, затем к полученной массе прибавляют 20—30-кратное количество дистиллированной воды и перемешивают. При использовании неоднородного асбеста толстые (крупные) волокна быстро оседают на дно, а тонкие (мелкие) волокна некоторое время удерживаются в виде взвеси. Воронку типа ВФ (или воронку Бюхнера с фильтровальной бумагой) при помощи резиновой пробки вставляют в колбу с тубусом, затем приводят в действие вакуумный насос и декантируют взмученный в воде мелковолокнистый асбест в воронку. К осадку крупноволокнистого асбеста повторно прибавляют воду, перемешивают и продолжают декантацию до тех пор, пока почти весь мелковолокнистый асбест не будет перенесен в воронку, используя в конце декантации дистиллированную воду. Осадок мелковолокнистого асбеста в воронке промывают дистиллированной водой до исчезновения кислой реакции по универсальной индикаторной бумаге. Промытый мелковолокнистый и крупноволокнистый асбест слегка подсушивают и хранят раздельно в увлажненном состоянии в стеклянных банках.

7.3.5.2 Трубку Аллина при помощи резиновой пробки вставляют в колбу с тубусом, соединенную с вакуумным насосом. В начало сужения трубки кладут стеклянную вату или стеклянный шарик с отростком и крупные (длинные) волокна асбеста, которые слегка уплотняют ровным слоем толщиной приблизительно 3 мм. Приводят в действие вакуумный насос и наливают в трубку Аллина взмученный

в воде подготовленный ранее мелковолокнистый асбест в таком количестве, чтобы образовался по возможности ровный слой высотой от 1 до 2 см. Для уплотнения асбест слегка отжимают стеклянной палочкой.

Допускается готовить асбестовый фильтр в воронке типа ВФ, наливая взмученный в воде мелковолокнистый асбест непосредственно на стеклянный фильтр (без слоя крупноволокнистого асбеста или стеклянной ваты).

**7.3.6 Подготовка дистиллированной воды**

Используемую для промывки дистиллированную воду кипятят в течение 1 мин с целью удаления растворенного в ней кислорода.

Прокипяченную воду хранят в герметичной посуде в условиях по 4.1 — не более 24 ч.

### 7.4 Проведение измерений

В коническую колбу отмеряют пипеткой 20 $см^3$ анализируемого раствора пробы мякиша (см. 6.3) или целого изделия (см. 6.4), приготовленного по 6.7, 20 $см^3$ раствора сернокислой меди (II), приготовленного по 7.3.1, 20 $см^3$ щелочного раствора виннокислого калия-натрия, приготовленного по 7.3.2, и нагревают до кипения. Кипятят (3,0 ± 0,1) мин с момента образования пузырьков, следя за тем, чтобы кипение не происходило бурно, снимают с плитки и дают красно-коричневому осадку оксида меди (I) осесть. Жидкость над осадком должна быть ярко-синей (в случае обесцвечивания жидкости, что указывает на чрезмерно большую концентрацию сахаров в испытуемом растворе, определение следует повторить при большем разведении испытуемого раствора). Горячий раствор фильтруют через асбестовый фильтр, приготовленный по 7.3.5, в колбу с тубусом при слабом разряжении, стремясь не переносить самого осадка на фильтр. Для предохранения оксида меди (I) от окисления, осадок на дне конической колбы (и на асбестовом фильтре) должен быть покрыт раствором, для чего колбу с осадком поддерживают в наклонном положении и, изменяя разряжение, регулируют скорость фильтрования. По окончании фильтрования осадок в колбе четыре — шесть раз тщательно промывают порциями предварительно прокипяченной дистиллированной воды с температурой от 60 °С до 80 °С, отфильтровывая каждую порцию через тот же фильтр после кратковременного отстаивания и стараясь не переносить самого осадка на фильтр. При этом следует наиболее полно сливать воду, используемую для промывки, оставляя над осадком в колбе и на фильтре минимальный слой жидкости. Промывают до исчезновения щелочной реакции по универсальной индикаторной бумаге. Всего для промывки используют от 200 до 300 $см^3$ дистиллированной воды.

Закончив промывку, фильтр переносят на другую чистую колбу с тубусом. Оставшийся в конической колбе осадок оксида меди (I) растворяют в 20 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, приготовленного по 7.3.3. Раствор сливают на фильтр и, помешивая стеклянной палочкой, выдерживают 1—2 мин для растворения осадка, а затем медленно фильтруют под вакуумом. Коническую колбу несколько раз ополаскивают порциями предварительно прокипяченной дистиллированной воды с температурой (20 ± 5) °С, а затем отфильтровывают каждую порцию через тот же фильтр до получения нейтрального фильтрата (проверяют, капая фильтрат на универсальную индикаторную бумагу). Всего для промывки используют не более 200 $см^3$ дистиллированной воды.

Полученный зеленоватый раствор в колбе с тубусом титруют раствором марганцовокислого калия, приготовленного по 7.3.4, до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Постепенное исчезновение слабо-розового окрашивания в течение 1 мин свидетельствует о недостаточно полной промывке осадка оксида меди (I).

Израсходованное на титрование количество раствора марганцовокислого калия, $см^3$, умножают на его коэффициент поправки (см. 7.3.4) и по таблице А.1 (приложение А) находят массу сахаров (в пересчете на сахарозу) в 20 $см^3$ испытуемого раствора изделий (см. 6.3 и 6.4).

Для нахождения массы сахаров $m$, мг, в 20 $см^3$ испытуемого раствора допускается вместо применения данных таблицы А.1 (приложение А) проводить вычисление по формуле

$$m = 0{,}02012Y^2 + 2{,}8606Y + 0{,}05, \quad (2)$$

где $Y$ — израсходованное на титрование количество раствора марганцовокислого калия, $см^3$, умноженное на его коэффициент поправки (см. 7.3.4).

### 7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю сахаров (в пересчете на сахарозу) $X_1$, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_3 \cdot 20 \cdot 1000}, \quad (3)$$

где $m_1$ — масса сахарозы для изделий (см. 6.4), найденная по таблице А.1 (приложение А), мг;

$V$ — вместимость мерной колбы, взятой для приготовления водной вытяжки (см. 6.6), см$^3$;

100 — коэффициент для пересчета результата в проценты;

2 — двойное разведение вытяжки при проведении гидролиза сахарозы;

$m_3$ — масса навески анализируемого изделия (см. 6.4), взятая для приготовления водной вытяжки, г;

20 — объем анализируемого раствора (см. 6.7), см$^3$;

1000 — коэффициент для перевода мг сахарозы в г.

7.5.2 Массовую долю сахаров (в пересчете на сахарозу) $X_2$, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_4 \cdot 20 \cdot 100} \cdot \frac{100}{100 - W}, \quad (4)$$

где $m_2$ — масса сахарозы для изделий (см. 6.3), найденная по таблице А.1 (приложение А), мг;

$m_4$ — масса навески анализируемого изделия (см. 6.3), взятая для приготовления водной вытяжки, г;

$W$ — массовая доля влаги в изделии (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в таблице 2.

Результат измерений представляют в виде

$(\bar{X} \pm \frac{U \cdot \bar{X}}{100})$, % при доверительной вероятности $P$ = 95 %,

где $\bar{X}$ — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, %;

$U$ — значение показателя расширенной неопределенности измерений при коэффициенте охвата $k$ = 2, %.

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода в относительных величинах при доверительной вероятности $P$ = 95 %

| Наименование определяемого показателя | Диапазон измерения массовой доли сахаров, % | Стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r$, % | Предел повторяемости $r$, % | Стандартное отклонение воспроизводимости $\sigma_R$, % | Предел воспроизводимости $R$, % | Расширенная неопределенность $\pm U$, %, при коэффициенте охвата $k$ = 2 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Массовая доля сахаров (метод Бертрана) | От 0,1 до 24,0 включ. | 6,0 | 16,0 | 8,2 | 22,7 | 16,0 |

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k$ = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности $P$ = 95 %.

7.5.3 Контроль стабильности результатов измерений массовой доли сахара рекомендуется проводить в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием карт Шухарта либо в соответствии с рекомендациями [4].

## 8 Ускоренный метод горячего титрования

### 8.1 Сущность метода

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе окисную медь (II) в закисную (I). Массовую долю сахара определяют путем титрования медно-щелочного раствора испытуемым раствором.

### 8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 200 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Стаканы В (Н)-1—150 (400, 800) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1—190 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Колбы мерные 1 (2а)—100 (1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колба П-2-50—34 ТХС ГОСТ 25336.

Цилиндры 1 (3)—250 (500) по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2—5 по ГОСТ 29169.

Бюретка I-1-2—10—0,05 по ГОСТ 29251.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч., ч. д. а., х. ч.

Метиленовый синий (индикатор).

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч., ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч., ч. д. а., х. ч.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, ч., ч. д. а., х. ч.

Сахароза по ГОСТ 5833, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

### 8.3 Подготовка к измерению

#### 8.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (II) (раствор I)

В стакане вместимостью 400 $см^3$ растворяют 10 г 5-водной сернокислой меди (II) в 200 $см^3$ дистиллированной воды. В стакане вместимостью 150 $см^3$ растворяют 0,04 г метиленового синего в 50 $см^3$ дистиллированной воды.

Оба раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в химической посуде, изготовленной из темного стекла, в условиях по 4.1 — не более 3 мес.

#### 8.3.2 Приготовление щелочного раствора виннокислого калия-натрия (раствор II)

В стакане вместимостью 400 $см^3$ растворяют 50 г виннокислого калия-натрия 4-водного в 200 $см^3$ дистиллированной воды. В стакане вместимостью 800 $см^3$ растворяют 75 г гидроокиси натрия в 300 $см^3$ дистиллированной воды. В стакане вместимостью 150 $см^3$ растворяют 4 г 3-водного железистосинеродистого калия в 50 $см^3$ дистиллированной воды. Растворы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 — не более 3 мес.

**8.3.3 Приготовление раствора сахарозы, содержащего 1 мг сахарозы в 1 см$^3$**

Сахарозу предварительно высушивают в эксикаторе в течение 3 сут над хлористым кальцием, затем берут навеску массой 0,1000 г. Используя 50 см$^3$ дистиллированной воды, навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и проводят гидролиз сахарозы по 6.7.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 — не более 5 сут.

**8.3.4 Установление титра медно-щелочного раствора по сахарозе**

В три плоскодонные колбы вместимостью 50 см$^3$ отмеряют пипеткой по 5 см$^3$ раствора I, приготовленного по 8.3.1 и по 5 см$^3$ раствора II, приготовленного по 8.3.2. Одну из колб помещают на электроплитку, доводят раствор в колбе до кипения и титруют из бюретки вместимостью 10 см$^3$ раствором сахарозы, приготовленным по 8.3.3, со скоростью (4 ± 1) капли в секунду до перехода синей окраски в желтую (предварительное титрование). Отмечают израсходованный объем раствора сахарозы. Затем проводят контрольное титрование в двух повторностях. Для этого колбы с медно-щелочным раствором помещают на нагретую электроплитку, раствор доводят до кипения и быстро сливают в него из бюретки (85 ± 5) % от израсходованного на предварительное титрование объема раствора сахарозы, приготовленного по 8.3.3, следя за тем, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Дотитровывают медно-щелочной раствор раствором сахарозы, приготовленным по 8.3.3, со скоростью одна капля в секунду до появления желтой окраски.

Титр медно-щелочного раствора по сахарозе $T$, мг, вычисляют по формуле

$$T = 1\frac{V_1 + V_2}{2}, \quad (5)$$

где 1 — содержание сахарозы в 1 см$^3$ раствора сахарозы (см. 8.3.3), мг/см$^3$;

$V_1$, $V_2$ — объемы раствора сахарозы (см. 8.3.3), израсходованные на контрольное титрование в двух повторностях, см$^3$.

### 8.4 Проведение измерений

В две плоскодонные колбы вместимостью 50 см$^3$ отмеряют пипеткой по 5 см$^3$ раствора I, приготовленного по 8.3.1, и по 5 см$^3$ раствора II, приготовленного по 8.3.2. Одну из колб помещают на электроплитку, доводят раствор в колбе до кипения и титруют из бюретки вместимостью 10 см$^3$ анализируемым раствором пробы мякиша (см. 6.3) или целого изделия (см. 6.4), приготовленным по 6.7, со скоростью (4 ± 1) капли в секунду до перехода синей окраски в желтую (предварительное титрование). Отмечают израсходованный объем испытуемого раствора. Затем проводят контрольное титрование. Для этого вторую колбу с медно-щелочным раствором помещают на нагретую электроплитку, раствор в колбе доводят до кипения и быстро сливают в него из бюретки (85 ± 5) % от израсходованного на предварительное титрование объема анализируемого раствора изделий (см. 6.3 или 6.4), приготовленного по 6.7, следя за тем, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Дотитровывают медно-щелочной раствор испытуемым раствором, приготовленным по 6.7, со скоростью одна капля в секунду до появления желтой окраски.

### 8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю сахаров (в пересчете на сахарозу) $X_3$, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{T \cdot V_1 \cdot 100 \cdot 2}{m_1 \cdot V_2 \cdot 1000}, \quad (6)$$

где $T$ — титр медно-щелочного раствора по сахарозе, мг;

$V_1$ — вместимость мерной колбы, взятой для приготовления водной вытяжки (см. 6.6), см$^3$;

100 — коэффициент для пересчета результата в проценты;

2 — двойное разведение вытяжки при проведении гидролиза сахарозы;

$m_1$ — масса навески анализируемого изделия (см. 6.4), взятая для приготовления водной вытяжки, г;

$V_2$ — объем испытуемого раствора изделия (см. 6.4), израсходованный на контрольное титрование, $см^3$;

1000 — коэффициент для перевода мг сахарозы в г.

8.5.2 Массовую долю сахаров (в пересчете на сахарозу) $X_4$, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{T \cdot V_1 \cdot 100 \cdot 2}{m_2 \cdot V_3 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - W}, \quad (7)$$

где $m_2$ — масса навески анализируемого изделия (см. 6.3), взятая для приготовления водной вытяжки, г.

$V_3$ — объем анализируемого раствора изделия (см. 6.3), израсходованный на контрольное титрование, $см^3$;

$W$ — массовая доля влаги в изделии (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает значений, приведенных в таблице 3.

Результат измерений представляют в виде

$(\overline{X} \pm \frac{U \cdot \overline{X}}{100})$, % при доверительной вероятности $P$ = 95 %,

$\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, %;

$U$ — значение показателя расширенной неопределенности измерений при коэффициенте охвата $k$ = = 2, %.

Таблица 3 — Метрологические характеристики метода в относительных величинах при доверительной вероятности $P$ = 95 %

| Наименование определяемого показателя | Диапазон измерения массовой доли сахаров, % | Стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r$, % | Предел повторяемости $r$, % | Стандартное отклонение воспроизводимости $\sigma_R$, % | Предел воспроизводимости $R$, % | Расширенная неопределенность $\pm U$, %, при коэффициенте охвата $k$ = 2 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Массовая доля сахаров (ускоренный метод горячего титрования) | От 0,1 до 24,0 включ. | 9,2 | 25,5 | 12,9 | 35,6 | 25,2 |

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k$ = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности $P$ = 95 %.

## 9 Метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод)

### 9.1 Сущность метода

Метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области и автоматическом расчете массовой доли сахара, с помощью заранее созданных градуировочных моделей, разработанных на основе репрезентативной выборки хлебобулочных изделий, в которых массовая доля сахара установлена перманганатным методом.

При анализе изделий с различными включениями и отделкой БИК-метод неприменим для целых изделий с коркой, но может быть использован для определения массовой доли сахара в мякише (после отделения всех включений).

### 9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы

БИК-анализатор для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области от 1400 до 2400 нм (от 7200 до 4100 $см^{-1}$) с индикацией результатов на экране персонального компьютера или на дисплее прибора.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Измельчающее устройство (мельница лабораторная ротационная ножевая*, измельчающая пробы без потери влаги).

Контейнеры/банки стеклянные или пластмассовые объемом не менее 250 $см^3$, с герметично закрывающимися крышками.

Шпатель.

Кисточка или ткань хлопчатобумажная.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

### 9.3 Подготовка к измерению

#### 9.3.1 Подготовка проб

Отбор и подготовку проб осуществляют по 6.1—6.4. Суммарная масса пробы, отобранной для БИК-анализа, должна быть не менее 200 г. Пробу, избегая нагрева, тщательно измельчают небольшими порциями, соответствующими оптимальной загрузке используемого измельчающего устройства. Необходимо точно соблюдать выбранные режимы измельчения проб, т. к. размер частиц влияет на сходимость результатов измерений. В случае проведения совместных измерений на БИК-анализаторе содержания влаги, сахара и жира рекомендуется использовать лабораторную ротационную ножевую мельницу с возможно меньшим «мертвым» пространством, позволяющую быстро размолоть пробу без заметного повышения температуры и, по возможности, без контакта пробы с окружающей средой.

Измельченную анализируемую пробу переносят в контейнер и плотно закрывают крышкой. Непосредственно перед измерением температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды, указанной в 4.1. Если температура пробы отличается более чем на 2 °С, то контейнер с пробой выдерживают в течение 1 ч при температуре окружающей среды.

При необходимости анализируемую пробу хранят в холодильнике в герметично закрытом контейнере в течение срока годности хлебобулочного изделия.

#### 9.3.2 Подготовка БИК-анализатора к работе

БИК-анализатор включают и выводят на режим измерений в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Измерительную кювету перед каждым заполнением тщательно очищают с помощью кисточки или сухой хлопчатобумажной ткани.

### 9.4 Проведение измерений

Подготовленную по 9.3.1 пробу тщательно перемешивают в контейнере. Перемешивание следует проводить перед каждым заполнением кюветы. Измерительную кювету с помощью шпателя равномерно (без просветов) заполняют анализируемой пробой. При этом необходимо избегать резких движений с заполненной кюветой и ее встряхивания. Не допускается насыпать анализируемую пробу из сосуда, так как это приводит к гравитационному разделению фракций и уменьшает точность определения. Плотность загрузки пробы в кювету также оказывает влияние на интенсивность инфракрасных спектров. Измерения проводят сразу же после заполнения кюветы анализируемой пробой в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора по методике, встроенной в БИК-анализатор.

---

* Например, мельница «Вьюга». Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможности использования других устройств с аналогичными характеристиками.

### 9.5 Обработка результатов

9.5.1 С помощью заранее созданных градуировочных моделей результаты автоматически пересчитываются на массовую долю сахара.

9.5.2 Численное значение массовой доли сахаров $X_5$, %, в целом изделии выводится на дисплей прибора или на экран персонального компьютера.

Численное значение массовой доли сахаров $X_6$, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества выводится на дисплей прибора или на экран персонального компьютера.

9.5.3 Результат записывают до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать установленных значений показателей качества в конкретной лаборатории.

9.5.4 При внедрении в практику лаборатории БИК-метода необходима валидация метода с целью оценки характеристик погрешности БИК-метода при проведении измерений на БИК-анализаторе конкретного типа в конкретной лаборатории в соответствии с [4] (приложение А). Пример валидации метода на БИК-анализаторе конкретного типа в конкретной лаборатории приведен в приложении Б.

## Приложение А
## (обязательное)

## Масса сахаров (в пересчете на сахарозу) в 20 см$^3$ анализируемого раствора после гидролиза

Таблица А.1

| Объем раствора *с* (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$, см$^3$ | Масса сахарозы, мг |
|---|---|
| 3,0 | 8,82 |
| 3,2 | 9,41 |
| 3,4 | 10,01 |
| 3,6 | 10,61 |
| 3,8 | 11,21 |
| 4,0 | 11,82 |
| 4,2 | 12,42 |
| 4,4 | 13,03 |
| 4,6 | 13,64 |
| 4,8 | 14,25 |
| 5,0 | 14,86 |
| 5,2 | 15,47 |
| 5,4 | 16,09 |
| 5,6 | 16,70 |
| 5,8 | 17,32 |
| 6,0 | 17,94 |
| 6,2 | 18,56 |
| 6,4 | 19,19 |
| 6,6 | 19,81 |
| 6,8 | 20,44 |
| 7,0 | 21,06 |
| 7,2 | 21,69 |
| 7,4 | 22,32 |
| 7,6 | 22,96 |
| 7,8 | 23,59 |
| 8,0 | 24,23 |
| 8,2 | 24,86 |
| 8,4 | 25,50 |
| 8,6 | 26,14 |
| 8,8 | 26,79 |
| 9,0 | 27,43 |
| 9,2 | 28,07 |
| 9,4 | 28,72 |
| 9,6 | 29,37 |
| 9,8 | 30,02 |
| 10,0 | 30,67 |
| 10,2 | 31,33 |
| 10,4 | 31,98 |
| 10,6 | 32,64 |
| 10,8 | 33,30 |
| 11,0 | 33,95 |
| 11,2 | 34,62 |
| 11,4 | 35,28 |

*Продолжение таблицы А.1*

| Объем раствора $c$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$, см$^3$ | Масса сахарозы, мг |
|---|---|
| 11,6 | 35,94 |
| 11,8 | 36,61 |
| 12,0 | 37,28 |
| 12,2 | 37,95 |
| 12,4 | 38,62 |
| 12,6 | 39,29 |
| 12,8 | 39,97 |
| 13,0 | 40,64 |
| 13,2 | 41,32 |
| 13,4 | 42,00 |
| 13,6 | 42,68 |
| 13,8 | 43,36 |
| 14,0 | 44,05 |
| 14,2 | 44,73 |
| 14,4 | 45,42 |
| 14,6 | 46,11 |
| 14,8 | 46,80 |
| 15,0 | 47,49 |
| 15,2 | 48,18 |
| 15,4 | 48,88 |
| 15,6 | 49,58 |
| 15,8 | 50,27 |
| 16,0 | 50,97 |
| 16,2 | 51,68 |
| 16,4 | 52,38 |
| 16,6 | 53,08 |
| 16,8 | 53,79 |
| 17,0 | 54,50 |
| 17,2 | 55,21 |
| 17,4 | 55,92 |
| 17,6 | 56,63 |
| 17,8 | 57,35 |
| 18,0 | 58,06 |
| 18,2 | 58,78 |
| 18,4 | 59,50 |
| 18,6 | 60,22 |
| 18,8 | 60,94 |
| 19,0 | 61,67 |
| 19,2 | 62,39 |
| 19,4 | 63,12 |
| 19,6 | 63,85 |
| 19,8 | 64,58 |

*Окончание таблицы А.1*

| Объем раствора $c$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм$^3$, см$^3$ | Масса сахарозы, мг |
|---|---|
| 20,0 | 65,31 |
| 20,2 | 66,05 |
| 20,4 | 66,78 |
| 20,6 | 67,52 |
| 20,8 | 68,26 |
| 21,0 | 69,00 |
| 21,2 | 69,74 |
| 21,4 | 70,48 |
| 21,6 | 71,23 |
| 21,8 | 71,98 |
| 22,0 | 72,73 |
| 22,2 | 73,48 |
| 22,4 | 74,23 |
| 22,6 | 74,98 |
| 22,8 | 75,73 |
| 23,0 | 76,49 |
| 23,2 | 77,25 |
| 23,4 | 78,01 |
| 23,6 | 78,77 |
| 23,8 | 79,53 |
| 24,0 | 80,30 |
| 24,2 | 81,06 |
| 24,4 | 81,83 |
| 24,6 | 82,60 |
| 24,8 | 83,37 |
| 25,0 | 84,14 |
| 25,2 | 84,92 |
| 25,4 | 85,69 |
| 25,6 | 86,47 |
| 25,8 | 87,25 |
| 26,0 | 88,03 |
| 26,2 | 88,81 |
| 26,4 | 89,60 |
| 26,6 | 90,38 |
| 26,8 | 91,17 |
| 27,0 | 91,96 |
| 27,2 | 92,75 |
| 27,4 | 93,54 |
| 27,6 | 94,33 |
| 27,8 | 95,13 |

**Приложение Б**
**(справочное)**

## Проведение измерений массовой доли сахара на анализаторе ИНФРАСКАН-3150

Градуировочные модели применимы для анализа различных сортов хлеба, приготовленных с использованием муки различного происхождения. В связи с особенностями БИК-метода, перед применением градуировочная модель подлежит валидации на независимой выборке, которая является репрезентативной для множества подлежащих анализу проб. Валидация должна проводиться по каждому продукту отдельно. Градуировка действительна только для тех типов проб и диапазона содержания анализируемого компонента, которые использовались при валидации. Рабочие характеристики градуировочной модели определяют по выборке проб для валидации. Эта выборка должна состоять из проб, не зависимых от градуировочной выборки. Массовую долю сахаров в выборке проб определяют перманганатным методом Бертрана. Число проб для валидации должно быть не менее 20.

Результаты валидации градуировочной модели для определения массовой доли сахаров в целых (с коркой) хлебобулочных изделиях из пшеничной и/или ржаной муки БИК-методом на приборе ИНФРАСКАН-3150 при доверительной вероятности $P$ = 95 % представлены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Метрологические характеристики БИК-метода при определении массовой доли сахаров в хлебобулочных изделиях из пшеничной и/или ржаной муки после валидации градуировочной модели на приборе ИНФРАСКАН-3150

| Массовая доля сахаров в хлебобулочных изделиях, % | КК* | СКО** | Отклонение в большую сторону, % | Отклонение в меньшую сторону, % |
|---|---|---|---|---|
| От 0,1 до 4,0 | 0,8 | 0,54 | 1,17 | 1,08 |
| От 4,0 до 10,0 | 0,7 | 0,8 | 1,55 | 1,02 |
| От 10,0 до 18,0 | 0,9 | 1,0 | 1,99 | 1,72 |

* Результат контрольной процедуры при контроле точности.
** Среднее квадратическое отклонение.

Проведение валидации по каждому продукту отдельно позволяет уменьшить ошибку анализа.

## Библиография


| | | |
|---|---|---|
| [1] | Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 | О безопасности пищевой продукции |
| [2] | Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 | Пищевая продукция в части ее маркировки |
| [3] | Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 027/2012 | О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания |
| [4] | РМГ 76—2014 | Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа |



УДК 664.66:006.354 МКС 67.060

Ключевые слова: хлебобулочные изделия, методы определения массовой доли сахара, перманганатный метод (метод Бертрана), ускоренный метод горячего титрования, БИК-метод

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 24.06.2022. Подписано в печать 12.07.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

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

МКС 67.060

**Поправка к ГОСТ 5672—2022 Изделия хлебобулочные. Методы определения массовой доли сахара**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Подраздел 6.2 | Измельчитель ножевой электрический.<br>Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336. | Измельчитель ножевой электрический.<br>Мешалка магнитная.<br>Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336. |
| Пункт 7.5.2, формула 4 | $X_2 = \frac{m_2 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_4 \cdot 20 \cdot 100} \cdot \frac{100}{100 - W}$, | $X_2 = \frac{m_2 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m_4 \cdot 20 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - W}$, |

(ИУС № 11 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru