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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33839— 2016

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли бензойной кислоты

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кондитерской промышленности» (ФГБНУ ВНИИКП)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 сентября 2016 г. № 1046-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33839—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 и реактивы . . . 2
7 Сущность метода . . . 4
8 Отбор и подготовка проб . . . 4
9 Подготовка к проведению измерений . . . 4
10 Проведение измерений . . . 5
11 Обработка результатов . . . 5
12 Оформление результатов измерений . . . 6
13 Контроль точности результатов измерений . . . 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли бензойной кислоты

Confectionery. Method for determination of mass fraction of benzoic acid

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и кондитерские полуфабрикаты (далее — продукт), изготовленные с использованием бензойной кислоты или ее солей, и устанавливает метод определения массовой доли бензойной кислоты.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

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

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

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

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** 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».

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10521—78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 . . . . . $(9{,}33 \cdot 10^4 — 1{,}07 \cdot 10^5)$ Па;
- 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 и реактивы

Спектрофотометр, позволяющий проводить исследования при длине волны 295 нм с допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более ±1 % или фотоэлектроколориметр с допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более ± 1 %, со светофильтром с длиной волны, соответствующей максимуму пропускания (315 ± 5) нм.

Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.

Весы, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,2 мг.

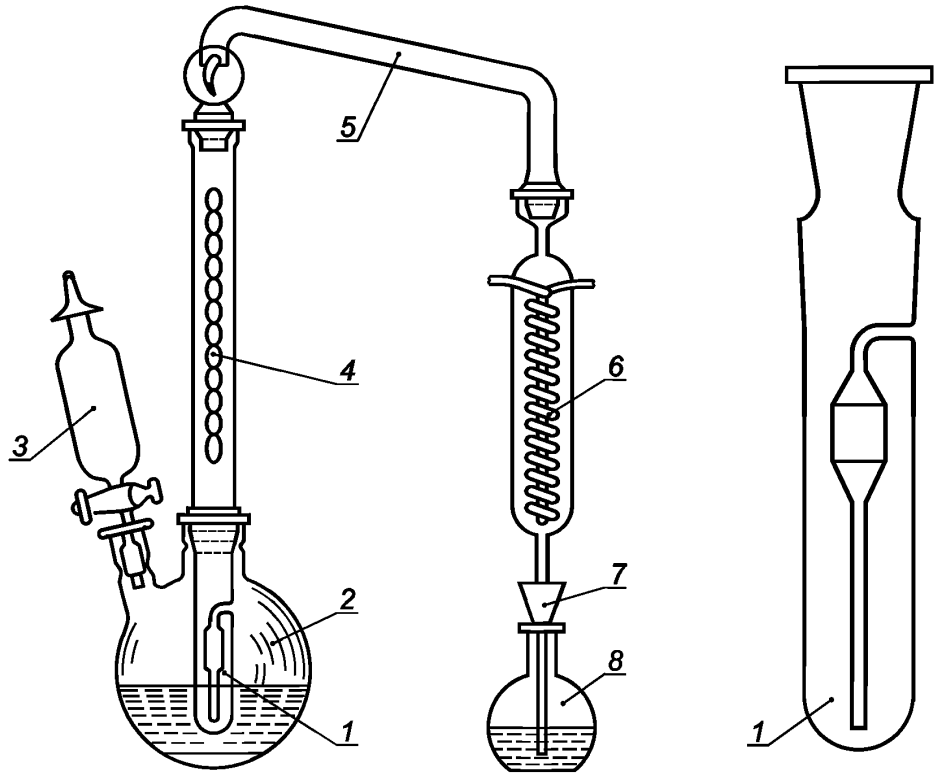
Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Часы с таймером по ГОСТ 27752

Прибор для отгонки бензойной кислоты (см. рисунок 1), состоящий из:

- сосуда для отгонки;
- колбы КГУ-2-1-1000-29/32 по ГОСТ 25336;

- воронки ВД-2-50-14/23 по ГОСТ 25336;
- дефлегматора 300-19/26-19/26 ТС по ГОСТ 25336;
- каплеуловителя КО-19/26-100 по ГОСТ 25336;
- холодильника ХСВ-300 ХС по ГОСТ 25336;
- воронки В-36-150 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы приемной 1-250-2 по ГОСТ 1770.



1 — сосуд для отгонки; *2* — круглодонная колба с двумя горловинами; *3* — делительная воронка; *4* — дефлегматор; *5* — каплеуловитель; *6* — холодильник; *7* — стеклянная воронка; *8* — приемная колба

Рисунок 1 — Прибор для отгонки бензойной кислоты

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

Цилиндр 1-250 или 3-250 по ГОСТ 1770.

Воронка лабораторная В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колба 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1-250-14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-100-14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-1-5, 1-2-1-10, 1-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, х. ч.

Магний сернокислый 7-водный $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ по ГОСТ 4523, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Водорода перекись массовой долей 30 % по ГОСТ 177.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.
Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а.
Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.
Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

7 Сущность метода

Метод основан на отгонке бензойной кислоты с водяным паром и последующим определением массовой доли бензойной кислоты спектрофотометрическим методом.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрацией $c(H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500—600 см^3 дистиллированной воды, затем осторожно малыми порциями при охлаждении и перемешивании добавляют 49 г концентрированной серной кислоты. Доводят объем раствора до метки.

9.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией $c(NaOH) = 1$ моль/дм^3 или раствора гидроокиси калия молярной концентрацией $c(KOH) = 1$ моль/дм^3

40 г гидроокиси натрия или 56 г гидроокиси калия, используя меры безопасности, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Доводят объем раствора до метки.

9.3 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрацией $c(KOH) = 0{,}1$ моль/дм^3

5,6 г гидроокиси калия растворяют при перемешивании в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Доводят объем раствора до метки.

9.4 Приготовление раствора гидрохлорида гидроксиламина

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500—600 см^3 дистиллированной воды, затем добавляют 200 г гидрохлорида гидроксиламина и перемешивают. Доводят объем раствора до метки.

9.5 Приготовление раствора меди (II) сернокислой 5-водной

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500—600 см^3 дистиллированной воды, затем осторожно добавляют 200 г концентрированной уксусной кислоты и перемешивают. В полученный раствор добавляют 50 г меди (II) сернокислой 5-водной и перемешивают до полного растворения. Доводят объем раствора до метки.

9.6 Приготовление раствора перекиси водорода массовой долей 3 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20—30 см^3 дистиллированной воды, затем вносят 10 см^3 перекиси водорода массовой долей 30 % и доводят дистиллированной водой до метки.

9.7 Приготовление раствора натрия хлористого массовой концентрацией 250 г/дм^3

250 г натрия хлористого растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды.

9.8 Приготовленные по 9.1—9.7 растворы хранят при комнатной температуре в течение месяца.

9.9 Подготовка прибора для отгонки бензойной кислоты

Собирают прибор для отгонки бензойной кислоты в соответствии с рисунком 1.

9.10 Приготовление основного раствора, соответствующего молярной концентрации бензойной кислоты 0,0008 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 добавляют 400—600 см^3 раствора гидроокиси калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 по 9.3, растворяют в нем (0,100 ± 0,001) г бензойной кислоты и доводят до метки тем же раствором.

9.11 Построение градуировочного графика

9.11.1 Приготовление рабочих растворов. В семь конических колб вносят пипетками 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 основного раствора бензойной кислоты концентрацией 0,0008 моль/дм^3 по 9.10 и 2,0 см^3 раствора гидроокиси калия концентрацией 1 моль/дм^3 по 9.2, доводят объем раствора в каждой колбе до 20 см^3, добавляя пипеткой соответственно 18,0; 17,0; 16,0; 14,0; 12,0; 10,0 и 8,0 см^3 дистиллированной воды. Полученные растворы содержат 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг бензойной кислоты. Эти растворы используются для получения раствора сравнения.

9.11.2 Готовят раствор сравнения. В каждую колбу с рабочим раствором по 9.11.1 вносят пипеткой по 2 см^3 раствора меди (II) сернокислой 5-водной по 9.5, 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина по 9.4 и 3 см^3 раствора перекиси водорода массовой долей 3 % по 9.6, перемешивают и переносят в кювету спектрофотометра. Измерение оптической плотности растворов проводят через (15 ± 3) мин от момента внесения реактивов при длине волны 295 нм (315 нм при использовании фотоэлектроколориметра). Контрольным раствором служит раствор сравнения, не содержащий бензойной кислоты. Измерение оптической плотности проводят 2 раза для каждого раствора.

9.11.3 По полученным данным строят градуировочный график в системе координат: оптическая плотность — масса бензойной кислоты в растворе, мг.

При смене реактивов, используемых при приготовлении градуировочных растворов, следует повторить построение градуировочного графика.

10 Проведение измерений

В сосуд для отгонки помещают 5—10 г измельченного исследуемого продукта, взвешенного с записью результата с точностью до второго десятичного знака, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 9.1 и 10 г магния сернокислого 7-водного.

В приемную колбу вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия концентрацией 1 моль/дм^3 по 9.2.

Отгонную колбу наполняют на 3/4 объема раствором натрия хлористого массовой концентрацией 250 г/дм^3 по 9.7 и начинают нагревать на водяной бане. Через несколько минут после закипания жидкости в отгонной колбе начинают отгонку, регулируя нагревание колбы так, чтобы объем жидкости в сосуде для отгонки был постоянным и равным примерно 20 см^3. Отгонку заканчивают после получения 150 см^3 отгона в приемной колбе вместимостью 250 см^3. Объем отгона после отгонки точно определяется цилиндром и учитывается в формуле 1. По 20 см^3 отгона вносят пипеткой в две конические колбы. Затем добавляют пипеткой по 2 см^3 раствора меди (II) сернокислой 5-водной по 9.5, 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина по 9.4 и 3 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 3 % по 9.6, выдерживают 15 мин и фотометрируют по 9.11.2.

В качестве контрольного раствора вместо 20 см^3 отгона добавляют 20 см^3 дистиллированной воды.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу бензойной кислоты в исследуемом растворе.

11 Обработка результатов

Массовую долю бензойной кислоты (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 10^{-1}, \quad (1)$$

где m_1 — масса бензойной кислоты, найденная по градуировочному графику, мг;

V_1 — объем полученного отгона, см^3;

m — масса навески продукта, г;

V_2 — объем отгона, используемого для фотометрирования (V_2 = 20 см^3), см^3.

Результаты параллельных определений вычисляют с точностью до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли бензойной кислоты в продукте принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot \overline{X}, \quad (2)$$

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

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %, при доверительной вероятности 0,95;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, выполненных в условиях повторяемости, %.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) (n = 2), P = 0,95, $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (m = 2), P = 0,95, $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %, P = 0,95
Массовая доля бензойной кислоты	От 0,01 до 0,50	16	27	19

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

12 Оформление результатов измерений

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

13 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 (подраздел 6.2).

УДК 664.1:543.06:006.354 МКС 67.060 67.180.10 67.190 Н42

Ключевые слова: изделия кондитерские, кондитерские полуфабрикаты, массовая доля бензойной кислоты, спектрофотометрический метод

Редактор *А.Э. Попова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 08.09.2016. Подписано в печать 29.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 39 экз. Зак. 2358.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru