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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
5901—
2014**

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2015**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИКП Россельхозакадемии)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 марта 2015 г. № 134-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5901—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5901—87

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

© Стандартинформ, 2015

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 Условия проведения измерений 2
5 Требования безопасности 2
6 Требования к квалификации оператора 2
7 Отбор и подготовка проб 2
8 Определение массовой доли общей золы 2
9 Определение золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты, массовой долей 10 % 4
10 Определение металломагнитной примеси 5

Поправка к ГОСТ 5901—2014 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

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

(ИУС № 6 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

Confectionery. Methods for determination of ash and metal magnetic admixture mass fraction

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и полуфабрикаты кондитерского производства (далее — продукт) и устанавливает методы определения массовой доли золы (общей и нерастворимой в растворе соляной кислоты), а также метод определения массовой доли металломагнитной примеси в какао-порошке, шоколаде в порошке, сыпучих полуфабрикатах шоколадного производства.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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 OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

Издание официальное

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **массовая доля общей золы:** Масса остатка минеральных веществ, полученного в результате сжигания органических веществ анализируемого продукта, выраженная в процентах.

3.2 **массовая доля нерастворимой золы в соляной кислоте:** Масса части общей золы, не растворенной после ее обработки раствором соляной кислоты массовой долей 10 %, выраженная в процентах.

4 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 75 %.

5 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.

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускается специалист, имеющий высшее или среднее специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, освоивший методы и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

7 Отбор и подготовка проб

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

8 Определение массовой доли общей золы

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в обугливании, озолении анализируемой пробы продукта при температуре 500 °С— 600 °С и последующем определении массовой доли общей золы.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 мг.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 100 °С до 1000 °С с погрешностью ±1,5 °С.

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

Тигель высокий 4 или 5, или тигель низкий 6 по ГОСТ 9147.

Треугольники для тиглей.

Ступка 4 или 5, или 6 по ГОСТ 9147.

Пестик 1 или 2, или 3 по ГОСТ 9147.

Штатив лабораторный.

Щипцы тигельные.

Эксикатор 2-230 или 2-290 по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

8.3 Проведение измерений

Анализируемую пробу продукта массой от 5 до 10 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в предварительно взвешенный прокаленный до постоянной массы тигель (массу тигля считают постоянной, если разница между результатами двух последовательных взвешиваний не превышает 0,001 г).

Анализируемую пробу сначала осторожно обугливают на электрической плитке до прекращения выделения дыма.

После обугливания анализируемой пробы тигель ставят в муфельную печь, нагретую до 500 °С—600 °С.

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым, после чего тигель вынимают из печи и охлаждают в эксикаторе.

После охлаждения в эксикаторе тигель взвешивают, затем вторично прокаливают не менее 30 мин.

Озоление считают законченным, если масса тигля с золой после повторного взвешивания изменилась не более чем на 0,001 г.

8.4 Обработка и оформление результатов измерений

8.4.1 Массовую долю общей золы X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m)\cdot 100}{m_2}, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с остатком после обугливания и озоления анализируемой пробы, г;

m — масса тигля, г;

m_2 — масса анализируемой пробы продукта, г.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

8.4.2 За окончательный результат измерений массовой доли общей золы в продукте принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_{1_1} - X_{1_2}| \le r, \quad (2)$$

где X_{1_1} и X_{1_2} — результаты двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 1, %.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли общей золы, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %, n = 2, P = 0,95	Предел воспроизводимости R, %, m = 2, P = 0,95	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %, P = 0,95
от 0,020 до 0,200	0,008	0,012	0,009

Если абсолютное расхождение результатов измерений превышает значение предела повторяемости по формуле (2), то получают еще два результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1), а при возникновении разногласий в оценке качества продукции — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункты 5.3.3—5.3.4).

8.4.3 Результат измерений массовой доли общей золы представляют в виде:

$$\overline{X}_1 \pm \Delta, \ P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $\overline{X}_1$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми по 8.4.2, %;

Δ— значение границ абсолютной погрешности измерений массовой доли общей золы, приведенное в таблице 1, %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

9 Определение золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты массовой долей 10 %

9.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в обработке общей золы по 8.3 соляной кислотой при нагревании и осаждении нерастворимого осадка.

9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы, реактивы

Для проведения анализа применяют оборудование по 8.2 со следующими дополнениями.

Баня водяная.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 100 °С до 140 °С с погрешностью ± 2 °С.

Воронки В-56–80 ХС или В-75–110 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1–100 ТС или В-1–150 ТС, или В-2–100 ТС, или В-2–150 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-100-1 или 1-250-1, 1-1000-2 или 3-100-2, или 3-250-2 по ГОСТ 1770.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH.

Стекло часовое диаметром 50—60 мм.

Фильтры обеззоленные диаметром 7—9 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а. или х. ч.; раствор массовой долей 10 % по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой долей 2 % по ГОСТ 4517.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных, а также материалов и реактивов, по качеству не ниже указанных.

9.3 Проведение измерений

Анализируемую пробу продукта массой 5 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, обугливают и озоляют по 8.3.

Полученную общую золу в тигле смачивают 30 $см^3$ раствора соляной кислоты массовой долей 10 %, затем нагревают на водяной бане в течение 30 мин и фильтруют через обеззоленный фильтр, сливая жидкость тонкой струей по стеклянной палочке. Тигель и палочку несколько раз промывают горячей дистиллированной водой температурой 60 °С, чтобы нерастворившаяся зола была без потерь перенесена на фильтр. Фильтр промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор-ион. Для определения реакции на хлор-ион к нескольким каплям фильтрата на часовом стекле прибавляют одну каплю концентрированной азотной кислоты и одну каплю раствора азотнокислого серебра массовой долей 2 %. Отсутствие помутнения от выпадающего хлористого серебра указывает на отсутствие иона хлора.

Момент окончания промывания фильтра определяют также по универсальной индикаторной бумаге. Промывание считают оконченным при pH промывных вод 4—5 ед. pH. Фильтр с осадком осторожно переносят в прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель и подсушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 15 мин, а затем озоляют по 8.3.

9.4 Обработка и оформление результатов измерений

9.4.1 Массовую долю золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_3 - m_4)\cdot 100}{m_5}, \qquad (4)$$

где m_3 — масса тигля с нерастворимым остатком после озоления, г;

m_4 — масса тигля, г;

m_5 — масса анализируемой пробы продукта, г.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

9.4.2 За окончательный результат измерений массовой доли золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты, в продукте принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_{2_1} - X_{2_2}| \le r, \quad (5)$$

где X_{2_1} и X_{2_2} — результаты двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, %;

r — значение предела повторяемости (сходимости) при P = 0,95, приведенное в таблице 2, %.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %, n = 2; P = 0,95	Предел воспроизводимости R, %, m = 2; P = 0,95	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ± Δ, %, P = 0,95
от 0,020 до 0,100	0,007	0,010	0,007

Если абсолютное расхождение результатов измерений превышает значение предела повторяемости по формуле (5), то получают еще два результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1), а при возникновении разногласий в оценке качества продукции — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункты 5.3.3, 5.3.4).

9.4.3 Результат измерений массовой доли золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты, представляют в виде:

$$\overline{X}_2 \pm \Delta, \ P = 0{,}95, \quad (6)$$

где $\overline{X}_2$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми по 9.4.2, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности измерений, приведенное в таблице 2, %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

10 Определение металломагнитной примеси

10.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в выделении металломагнитной примеси из какао-порошка, шоколада в порошке и сыпучих полуфабрикатов шоколадного производства с помощью подковообразного магнита.

10.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,5 мг.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 100 °С до 140 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2-230 по ГОСТ 25336.

Магнит подковообразный с подъемной силой не менее 5 кг (полюса магнитов в нерабочем состоянии должны быть замкнуты пластинкой из металломагнитного материала).

Сетка измерительная со стороной квадратов 0,3 мм.

Лупа с 5—10-кратным увеличением по ГОСТ 25706.

Стекло часовое диаметром 50—60 мм.

Фильтр диаметром 7—9 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

10.3 Проведение измерений

Анализируемую пробу продукта массой 300 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака переносят на чистый лист белой бумаги и разравнивают слоем толщиной примерно 0,5 см.

Металломагнитную примесь извлекают подковообразным магнитом, на полюсы которого надевают плотно прилегающие колпачки из материала, облегчающего съем примеси с магнита. Медленно проводят магнитом параллельные бороздки в продольном и поперечном направлении так, чтобы ножки магнита проходили через весь слой анализируемой пробы, касаясь бумаги. Притянутую магнитом металлическую примесь осторожно переносят на бумажный фильтр.

Извлечение металломагнитной примеси из анализируемой пробы повторяют несколько раз. Перед каждым извлечением пробу смешивают и разравнивают тонким слоем, как указано выше.

Испытание заканчивают, когда к магниту перестанут притягиваться частицы металломагнитной примеси.

Собранную металломагнитную примесь промывают дистиллированной водой температурой от 60 °С до 80 °С, затем фильтр с примесью высушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре от 100 °С до 105 °С и охлаждают в эксикаторе. После охлаждения в эксикаторе металломагнитную примесь переносят на предварительно взвешенное часовое стекло и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

10.4 Обработка и оформление результатов измерений

10.4.1 Массовую долю металломагнитной примеси X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_6 - m_7) \cdot 100}{m_8}, \quad (7)$$

где m_6 — масса часового стекла с примесью, г;

m_7 — масса часового стекла, г;

m_8 — масса анализируемой пробы продукта, г.

Вычисления проводят до шестого десятичного знака.

10.4.2 За окончательный результат измерений массовой доли металломагнитной примеси в какао-порошке, шоколаде в порошке и сыпучих полуфабрикатах шоколадного производства принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_{3_1} - X_{3_2}| \le r, \quad (8)$$

где X_{3_1} и X_{3_2} — результаты двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, %;

r — значение предела повторяемости (сходимости) при $P = 0{,}95$, приведенное в таблице 3, %.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли металломагнитной примеси, %	Предел повторяемости (сходимости) r, % $n = 2$; $P = 0{,}95$	Предел воспроизводимости R, % $m = 2$; $P = 0{,}95$	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm$ Δ, %, $P = 0{,}95$
от 0,00003 до 0,00010	0,000008	0,000015	0,00001

Если абсолютное расхождение результатов измерений превышает значение предела повторяемости по формуле (8), то получают еще два результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1), а при возникновении разногласий в оценке качества продукции — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункты 5.3.3—5.3.4).

10.4.3 Результат измерений массовой доли металломагнитной примеси в какао-порошке, шоколаде в порошке и сыпучих полуфабрикатах шоколадного производства представляют в виде:

$$\overline{X}_3 \pm \Delta, \; P = 0{,}95, \quad (9)$$

где $\overline{X}_3$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми по 10.4.2, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности измерений, приведенное в таблице 3, %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

УДК 664.6:543.06:006.354 МКС 67.060 67.140.30 67.180.10 67.190 Н42

Ключевые слова: кондитерские изделия, методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси, массовая доля общей золы, массовая доля золы нерастворимой в соляной кислоте

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.04.2015. Подписано в печать 30.04.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 43 экз. Зак. 1818.

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

gost.e-ecolog.ru