МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31682— 2012

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения содержания общего сухого остатка какао в шоколадных изделиях

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИ КП Россельхозакадемии) при участии Ассоциации предприятий кондитерской промышленности «АСКОНД», ООО «Объединенные кондитеры», ООО «Марс», ОАО «Кондитерская фабрика имени Н.К. Крупской», ЗАО «НП Конфил», ООО «Дирол Кэдбери» по заказу Национального фонда защиты потребителей (Россия)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 мая 2012 г. № 51)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1489-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31682—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53156—2008

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2013

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 Сущность методов 2
4 Условия проведения измерений 2
5 Требования безопасности 2
6 Требования к квалификации оператора 2
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
8 Отбор и подготовка проб 3
9 Подготовка к измерениям 3
10 Выполнение измерений 3
11 Обработка результатов измерений 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения содержания общего сухого остатка какао в шоколадных изделиях

Confectionery. Methods of determination of total dry solids of cocoa in chocolate products

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия: шоколад и отделяемую составную часть шоколада в шоколаде с начинкой и шоколадных изделиях (далее — шоколад) без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки и устанавливает методы определения массовой доли общего сухого остатка какао.

Стандарт применяется при контроле качества (идентификации) шоколада без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

Издание официальное

ГОСТ 31722—2012 Изделия кондитерские. Методы определения содержания молочного жира в шоколадных изделиях

ГОСТ 31723—2012 Изделия кондитерские. Метод определения содержания сухого обезжиренного остатка какао в шоколадных изделиях

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Сущность методов

Методы основаны на удалении из анализируемого продукта липидной фракции петролейным эфиром и водорастворимой фракции дистиллированной водой, определении массовой доли жира и массовой доли сухого обезжиренного остатка какао.

Массовая доля общего сухого остатка какао определяется суммой массовых долей жира и сухого обезжиренного остатка какао.

4 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (18 ± 5) °С;
- атмосферное давление . . . . . ($9{,}33 \cdot 10^4 - 1{,}07 \cdot 10^5$) Па;
- влажность воздуха . . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

5 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

6 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.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

При определении массовой доли общего сухого остатка какао в шоколадных изделиях используют следующее оборудование, реактивы и материалы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне 160 °С—180 °С.

Термометр жидкостной с диапазоном измерений 0 °С—100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндры 1-10 по ГОСТ 1770.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

насадки НЭТ -250 ТС по ГОСТ 25336;

холодильника ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336;

колбы П-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (100 ± 2) °С.

Центрифуга лабораторная с числом оборотов в минуту не менее 3000 и центрифужными термостойкими пробирками с крышками вместимостью 50 см^3.

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

Стаканы В-1-50 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-1000-1 по ГОСТ 1770.

Воронки ВФ-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стекло часовое.

Стекло химико-лабораторное (палочки) по ГОСТ 21400.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нитрат серебра ($AgNO_3$), х. ч., по ГОСТ 1277.

Кислота соляная, х. ч., по ГОСТ 857.

Эфир петролейный, о с. ч.

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

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

9 Подготовка к измерениям

9.1 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 8 моль/дм^3 (8 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 609 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,198 г/см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

9.2 Приготовление раствора нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 16,99 г нитрата серебра, добавляют в 400—500 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

10 Выполнение измерений

10.1 Определение массовой доли сухого обезжиренного остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки

Определение массовой доли сухого обезжиренного остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки проводят по ГОСТ 31723.

10.2 Определение массовой доли жира в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки

10.2.1 Определение массовой доли жира с использованием соляной кислоты

Навеску подготовленной пробы массой 10—15 г (с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака) помещают в стеклянный стакан и медленно приливают при постоянном перемешивании 45 см^3 горячей дистиллированной воды до получения однородной суспензии. Добавляют 55 см^3 соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 8 моль/дм^3 (8 н) и перемешивают. Покрывают часовым стеклом, затем медленно доводят до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Ополаскивают часовое стекло 100 см^3 дистиллированной воды и фильтруют содержимое стакана через бумажный фильтр, ополаскивая стакан дистиллированной водой три раза.

Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой до полного удаления ионов Cl^-, которое подтверждается отсутствием помутнения раствора при добавлении в фильтрат раствора нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Фильтр с осадком сушат в стеклянном стакане в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

Высушенный фильтр с осадком помещают в бумажный патрон и экстрагируют жир петролейным эфиром в аппарате Сокслета, используя предварительно обезжиренную, высушенную в течение 1 ч при температуре 100 °С и взвешенную (с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака) коническую колбу вместимостью 250 см^3. Ополаскивают стакан для гидролиза, часовое стекло (предварительно высушенные) и стакан для сушки тремя порциями петролейного эфира по 50 см^3 и добавляют в колбу аппарата Сокслета. Экстрагируют жир в течение 4 ч. Отделяют колбу от аппарата Сокслета и медленно выпаривают растворитель на водяной бане в вытяжном шкафу.

Колбу с полученным жиром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С до постоянной массы.

Проводят два параллельных определения.

10.2.2 Определение массовой доли жира без использования соляной кислоты

Навеску подготовленной пробы массой 10—15 г (с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака) помещают в центрифужную пробирку и заливают 30—35 см^3 петролейного эфира, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют в течение 10 мин со скоростью 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают в колбу. Операцию повторяют три раза, каждый раз сливая надосадочную жидкость в колбу.

Выпаривают большую часть петролейного эфира на водяной бане в вытяжном шкафу.

Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в предварительно подготовленную чистую колбу, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, ополаскивают колбу и промывают фильтр петролейным эфиром.

Выпаривают растворитель на водяной бане в вытяжном шкафу. Колбу с полученным жиром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С до постоянной массы.

Проводят два параллельных определения.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Определение массовой доли жира в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки.

11.1.1 Массовую долю жира Y, %, в шоколаде без добавлений вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса пустой колбы, г;

m_2 — масса колбы с полученным жиром, г;

m — масса анализируемой навески шоколада, г.

11.1.2 Массовую долю жира Y, %, в шоколаде с добавлением молока и (или) продуктов его переработки вычисляют по формуле

$$Y = \frac{(m_3 - m_1)100}{m} - Y^*, \quad (2)$$

где m_1 — масса пустой колбы, г;

m_3 — масса колбы с полученным жиром, г;

m — масса анализируемой навески, г;

Y^* — массовая доля молочного жира, определенная по ГОСТ 31722.

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

За окончательный результат определения массовой доли жира в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-6, если выполняется условие приемлемости

$$|Y_1 - Y_2| \le r, \quad (3)$$

где Y_1 и Y_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %.

В таблице 1 приведены характеристики погрешности определения массовой доли жира в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки при доверительной вероятности 0,95.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) (n = 2) r, %	Предел воспроизводимости (m = 2) R, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$, %
От 0 до 60	0,5	0,7	0,5

11.2 Определение массовой доли общего сухого остатка какао в шоколадных изделиях без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки

Массовую долю общего сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки Z, %, определяют по формуле

$$Z = X + Y, \quad (4)$$

где X — результат определения массовой доли обезжиренного сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки по 10.1, %;

Y — результат определения массовой доли жира в шоколаде без добавлений по формуле (1), %, или результат определения массовой доли жира в шоколаде с добавлением молока и (или) продуктов его переработки по формуле (2), %.

11.2.1 Результат определения массовой доли общего сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки представляют в виде

$$(Z \pm \Delta)\ \%\ \text{при}\ P = 0{,}95, \quad (5)$$

где Z — результат определения массовой доли общего сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки по формуле (4), %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли общего сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки по 11.2.2, %.

11.2.2 Границы абсолютной погрешности (Δ) определения массовой доли общего сухого остатка в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки — $\pm$ 1 % при доверительной вероятности 0,95.

УДК 663.918.4:006.354 МКС 67.190 Н49

Ключевые слова: изделия кондитерские, методы испытаний, общий сухой остаток какао, метод с использованием петролейного эфира, метод с использованием соляной кислоты, обработка результатов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 19.12.2012. Подписано в печать 23.01.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 145 экз. Зак. 68.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru