ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52416— 2005

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Гравиметрический метод определения массовой доли золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии» (ГНУ НИИПП и СПТ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 152 «Пищевые концентраты, натуральные ароматизаторы и красители»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2005 г. № 332-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2007 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Стандартинформ, 2006
© Стандартинформ, 2007

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

к ГОСТ Р 52416—2005 Концентраты пищевые. Гравиметрический метод определения массовой доли золы (Переиздание. Май 2007 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 5	Переиздание. Май 2007 г.	Издание (май 2007 г.) с Поправкой (ИУС № 6—2006)
Раздел 8. Третий абзац	3,0 % абсолютных	3,0 % относительных

(ИУС № 11 2007 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Гравиметрический метод определения массовой доли золы

Food concentrates. Gravimetric method of ash mass fraction determination

Дата введения—2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые концентраты (концентраты обеденных блюд, сухие завтраки, кофепродукты) и устанавливает определение массовой доли золы гравиметрическим методом.

Диапазон измеряемых массовых долей золы: в обеденных блюдах — от 3,0 % до 16,0 %, сухих завтраках — от 0,5 % до 3,0 %, кофепродуктах — от 4,0 % до 10,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3309—84 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 15113.4—77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 25725—89 Инструменты медицинские. Термины и определения

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на изменении массы пробы анализируемого продукта под воздействием температуры с применением ускорителя озоления (этилового спирта) и последующем гравиметрическом измерении массы золы продукта.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры в диапазоне от 50 °С до 1000 °С с отклонениями от заданных значений ± 25 °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от 40 °С до 200 °С с отклонениями от заданных значений ± 5 °С.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,1 мг.

Пипетка 1(4)-2-1(2) по ГОСТ 29169.

Тигли фарфоровые или кварцевые по ГОСТ 9147, вместимостью 25 $см^3$.

Часы механические настольные 2-го класса точности по ГОСТ 3309 или электронно-механические по ГОСТ 27752.

Щипцы металлические лабораторные по ГОСТ 25725, [1].

Эксикатор по ГОСТ 25336 с фарфоровой вставкой по ГОСТ 9147.

Палочки из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., плотностью 1,190 $г/см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и реактивов квалификации не ниже указанных.

5 Подготовка к проведению измерения

5.1 Метод отбора проб

Отбор проб и подготовка их к проведению измерения — по ГОСТ 15113.0.

5.2 Подготовка тиглей

После обычной мойки чистые тигли дополнительно промывают горячей водой, кипятят в концентрированной соляной кислоте в течение 10 мин, тщательно промывают водой, затем ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Затем прокаливают в муфельной печи при температуре (500 ± 25) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе в течение 35—40 мин и взвешивают с точностью до 0,001 г.

6 Проведение измерения

6.1 Проводят параллельно два измерения массовой доли золы для продукта каждого вида.

6.2 Из аналитической пробы пищевого концентрата в тигли, подготовленные по 5.2, отбирают навески массой:

- для обеденных блюд — 5,000 г;
- для кофепродуктов — 1,500 г;
- сухих завтраков — от 1,500 до 3,000 г.

Прибавляют пипеткой восемь — десять капель ускорителя (этилового спирта) до полного смачивания анализируемой навески и помещают на 15 мин тигли на откидную дверцу муфельной печи, нагретой до (75 ± 25) °С, затем нагревание продолжают до (125 ± 25) °С, выдерживая тигли в течение 30 мин.

После этого тигли помещают вглубь муфельной печи, поднимают ее температуру до (200 ± 25) °С и выдерживают до прекращения выделения паров и дымовых частиц, после чего поднимают температуру до (500 ± 25) °С и выдерживают 2 ч.

При использовании муфельных печей с фронтально открываемой дверцей тигли с аналитической пробой помещают в холодную печь и постепенно нагревают в течение 1 ч до (200 ± 25) °С, после чего поднимают температуру до (500 ± 25) °С и выдерживают в течение 2 ч.

Озоление ведут до полного исчезновения темных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым.

Тигли с прокаленной золой переносят в эксикатор, охлаждают в течение 35—40 мин и взвешивают с точностью до 0,001 г. Прокаливание повторяют, выдерживая тигли с золой в муфельной печи при температуре (500 ± 25) °С в течение 1 ч. После охлаждения тигли снова взвешивают.

Взвешивание тиглей с золой следует проводить быстро, так как зола большинства продуктов гигроскопична. Прокаливание золы ведут до постоянной массы, для чего прокаливание повторяют до тех пор, пока результат последнего взвешивания не начнет увеличиваться. Для вычислений берут последний убывающий результат взвешивания.

7 Обработка результатов измерений

Массовую долю золы X_{m1} (на сухую массу) и X_{m2} (на сырую массу), в процентах, вычисляют по формулам:

$$X_{m1} = \frac{(m_1 - m_2)100 \cdot 100}{m(100 - W)}, \quad (1)$$

$$X_{m2} = \frac{(m_1 - m_2)100}{m}, \quad (2)$$

где m_1 — масса тигля с золой после прокаливания, г;

m_2 — масса тигля после прокаливания, г;

m — масса навески испытуемого концентрата, г;

W — массовая доля влаги в испытуемом концентрате по ГОСТ 15113.4, %.

8 Требования к точности результатов измерений

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака, округление — до первого десятичного знака.

Погрешность измерения — 3,0 % абсолютных.

Предел повторяемости результатов измерений массовой доли золы (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) должно быть 2,5 % (относительных среднего значения) при вероятности P = 0,95.

Предел воспроизводимости результатов измерений массовой доли золы (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях) — 4,0 % (относительных среднего значения) при вероятности P = 0,95.

Контроль предела повторяемости и предела воспроизводимости результатов измерения массовой доли золы в пищевых концентратах и кофепродуктах проводят в соответствии с приложением А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Контроль предела повторяемости и предела воспроизводимости результатов измерений

А.1 Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля предела повторяемости

Контроль предела повторяемости проводят при получении каждого результата, представляющего собой среднеарифметическое значение двух параллельных измерений

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \qquad (A.1)$$

Контроль предела повторяемости проводят сравнением расхождения результатов параллельных определений X_1 и X_2, полученных при анализе пробы с нормативом определения контроля предела повторяемости r.

Предел повторяемости результатов параллельных измерений признают удовлетворительным, если

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le r. \qquad (A.2)$$

При выполнении условия (А.2) вычисляют массовую долю золы в исследуемой пробе.

При превышении норматива оперативного контроля предела повторяемости измерение повторяют. При повторном превышении этого норматива измерение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

А.2 Алгоритм проведения контроля предела воспроизводимости

Контроль предела воспроизводимости проводят с использованием рабочей пробы, которую делят на две части (зашифрованные) и направляют в две лаборатории для определения измерений. Контроль предела воспроизводимости проводят сравнением расхождения результатов измерений $\overline{\overline{X}}_1$ и $\overline{\overline{X}}_2$ с нормативом определения контроля предела воспроизводимости R.

Результаты признают удовлетворительными, если выполняется условие

$$|\overline{\overline{X}}_1 - \overline{\overline{X}}_2| \le R, \qquad (A.3)$$

где $\overline{\overline{X}}_1$, $\overline{\overline{X}}_2$ — результаты измерения рабочей пробы в двух разных лабораториях;

R — норматив контроля предела воспроизводимости.

При превышении нормативов контроля предела воспроизводимости определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Значение нормативов оперативного контроля предела повторяемости и предела воспроизводимости при вероятности P = 0,95 приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Контролируемый показатель	Диапазон измерения массовой доли золы, %	Нормативы оперативного контроля характеристик погрешности, %	
		Предел повторяемости r, n = 2	Предел воспроизводимости R, m = 2
Массовая доля золы в продукте	От 0,5 до 16,0	0,025 $\overline{X}$*	0,040 $\overline{\overline{X}}$*
* $\overline{X}$ и $\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных измерений исследуемой пробы при определении предела повторяемости и предела воспроизводимости соответственно.			

Библиография

[1] ТУ 64-1-973—76 Щипцы тигельные ЩТ

УДК 664.87:543.822:006.354 ОКС 67.050 Н39 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: пищевые концентраты, сухие завтраки, растворимый кофе, зола, ускоритель озоления (этиловый спирт), выполнение измерений, гравиметрический метод, предел повторяемости, предел воспроизводимости

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 11.05.2007. Формат 60x84 $^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 73 экз. Зак. 438. С 4049.

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