ГОСТ 5901—87

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ И МЕТАЛЛОМАГНИТНОЙ ПРИМЕСИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.6:543.06:006.354 Группа Н49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

ГОСТ 5901—87

Confectionery. Methods for determination of ash and metallomagnetic admixture content

МКС 67.180.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и полуфабрикаты и устанавливает методы определения в них массовой доли золы и массовой доли металломагнитной примеси в какао-порошке, шоколаде в порошке и сыпучих полуфабрикатах шоколадного производства.

Под общей золой понимают остаток минеральных веществ, полученный в результате сжигания органических веществ исследуемого продукта.

Под нерастворимой золой понимают часть общей золы, не растворенной после ее обработки раствором соляной кислоты массовой долей 10 %.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5904.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ ЗОЛЫ

Метод основан на сжигании органических веществ в навеске исследуемого продукта.

2.1. Аппаратура

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104* или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Пестик 1 или 2, или 3 по ГОСТ 9147.

Печь муфельная электрическая.

Плитка электрическая или газовая горелка.

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

Треугольники для тиглей.

Ступка 4 или 5, или 6 по ГОСТ 9147.

Штатив лабораторный.

Щипцы тигельные.

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

Примечание. Допускается применять импортное оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску исследуемого продукта массой 5—10 г помещают в предварительно взвешенный прокаленный до постоянной массы тигель.

Навеску сначала осторожно обугливают на небольшом пламени газовой горелки или на электрической плитке до прекращения выделения дыма.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

После обугливания навески тигель ставят в муфельную печь, нагретую до 500—600 °С (красное каление).

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

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 0,0015 г.

2.2.2. Обработка результатов

Массовую долю общей золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m)\,100}{m_2},$$

где m — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с остатком после сжигания навески и прокаливания, г;

m_2 — масса навески продукта, г.

2.2.3. Результаты параллельных определений вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

2.2.4. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми в одной лаборатории не должны превышать по абсолютной величине 0,02 %, выполненных в разных лабораториях — 0,03 %.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,03 % ($P = 0{,}95$).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ, НЕРАСТВОРИМОЙ В РАСТВОРЕ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ, МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 10 %

Метод основан на обработке при нагревании общей золы соляной кислотой и осаждении нерастворимого осадка.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют аппаратуру по п. 2.1 со следующими дополнениями.

Баня водяная.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10.

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.

Стекло часовое диаметром 50—60 мм.

Фильтры обеззоленные диаметром 7—9 см.

Цилиндры отливные 1—100 или 1—250, 1—1000 или 3—100, или 3—250 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный электрический.

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.

Примечание. Допускается применять импортное оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. 5 г исследуемого продукта сжигают, как указано в п. 2.2.1.

3.2.2. 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, чтобы нерастворившаяся зола была вся без потерь перенесена на фильтр. Фильтр промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион. К нескольким каплям фильтрата на часовом стекле прибавляют 1 каплю концентрированной азотной кислоты и 1 каплю раствора азотнокислого серебра. Отсутствие мути от выпадающего хлористого серебра указывает на отсутствие иона хлора.

Конец промывания фильтра определяют также по универсальной индикаторной бумажке с pH 1—10. Промывание считают оконченным при pH 4—5. Фильтр с осадком осторожно переносят в прокаленный и взвешенный тигель и слегка подсушивают в сушильном шкафу. Затем сжигают и прокаливают до полного озоления, как указано в п. 2.2.1.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю золы, нерастворимой в растворе соляной кислоты (X_1), в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - m}{m_2} \cdot 100 ,$$

где m — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с нерастворимым остатком после прокаливания, г;

m_2 — масса навески продукта, г.

3.2.4. Результаты параллельных определений вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

3.2.5. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми в одной лаборатории не должны превышать по абсолютной величине 0,02 %, выполненных в разных лабораториях — 0,03 %.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,03 % ($P = 0,95$).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОМАГНИТНОЙ ПРИМЕСИ

Метод основан на выделении металломагнитной примеси с помощью подковообразного магнита.

4.1. Аппаратура и материалы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104 или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

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

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.

Стекло часовое диаметром 50—60 мм.

Фильтр диаметром 7—9 см.

Шкаф сушильный электрический.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Взвешивают 300,0 г продукта и переносят на чистый лист белой бумаги или стекло и разравнивают слоем толщиной примерно 0,5 см.

Металломагнитную примесь извлекают подковообразным магнитом, на полюсы которого надевают плотно прилегающие колпачки из папиросной бумаги для облегчения съема примеси с магнита.

Медленно проводят магнитом параллельные бороздки в продольном и поперечном направлении так, чтобы вся поверхность исследуемой пробы была пройдена магнитом. При этом ножки магнита должны проходить через весь слой исследуемой пробы, касаясь стекла или бумаги. Притянутую магнитом металлическую примесь осторожно снимают и переносят на бумажный фильтр.

Извлечение металломагнитной примеси из исследуемого продукта повторяют несколько раз. Перед каждым извлечением образец 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 60—80 °С, затем фильтр с примесью высушивают в течение 2 ч при температуре 100—105 °С. После охлаждения в эксикаторе металломагнитную примесь переводят на предварительно взвешенное часовое стекло и взвешивают с погрешностью не более 0,0015 г.

4.2.2. Обработка результатов

Массовую долю металломагнитной примеси (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - m}{m_2} \cdot 100 ,$$

где m — масса часового стекла, г;

m_1 — масса часового стекла с примесью, г;

m_2 — масса исследуемого продукта (300), г.

4.2.3. Результаты параллельных определений вычисляют до шестого десятичного знака и округляют до пятого десятичного знака.

4.2.4. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать по абсолютной величине 0,00005 %.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,00008 % ($P = 0,95$).

4.3. Для определения величины частиц в наибольшем линейном измерении металломагнитные примеси переносят на специальную измерительную сетку со стороной квадратного отверстия, равной 0,3 мм, и рассматривают под лупой.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. Ф. Щукина (руководитель темы), **К. С. Алтунджи, Е. Я. Богданова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.87 № 4007

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5901—58

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	3.1
ГОСТ 1770—74	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4517—87	3.1
ГОСТ 5904—82	1.1
ГОСТ 6709—72	3.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 4.1
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.1
ГОСТ 25706—83	4.1

5. Снято ограничение срока действия по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2012 г.

gost.e-ecolog.ru