Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения золы

Food concentrates.
Methods for determination of ash

ГОСТ 15113.8—77

Взамен ГОСТ 15113.6—69

МКС 67.050
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 августа 1977 г. № 2029 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на пищевые концентраты и устанавливает методы определения золы.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб для лабораторных испытаний проводят по ГОСТ 15113.0—77.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на получении золы — остатка минеральных веществ, образующегося в результате полного сжигания органической части навески продукта и последующего весового определения массовой доли золы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88*, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Печь муфельная с диапазоном нагрева от 50 до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ± 25 °С.

Шкаф сушильный электрический с диапазоном нагрева от 40 до 150 °С, обеспечивающий поддержание заданной температуры в пределах ± 5°С.

Плитка электрическая (асбестированная) по ГОСТ 14919—83.

Горелка газовая.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Фильтры беззольные «синяя лента» диаметром 90—125 мм.

Стаканы стеклянные с носиком, вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2.3. Проведение испытания

Из аналитической пробы пищевого концентрата в стеклянный стакан берут навеску массой от

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., декабре 1986 г. (ИУС 8—84, 3—87).

gost.e-ecolog.ru

3 до 5 г с погрешностью не более 0,001 г. Массу навески определяют по разности масс стакана с навеской и без нее. Навеску заворачивают в беззольный фильтр и помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель. При испытании концентратов со значительным содержанием влаги их предварительно выпаривают до сухого остатка на водяной бане, сушат в течение 20 мин в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С.

Навеску затем осторожно обугливают на небольшом пламени газовой горелки или на электрической плитке, или в муфельной печи; в последнем случае тигель помещают на откидную дверцу печи, нагретой до температуры 250—300 °С (темно-красное каление). В процессе обугливания не допускают воспламенения, приводящего к потере пробы.

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

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым. Если при озолении черные частицы угля исчезают медленно (например при значительном содержании крахмала в пробе), то тигель с содержимым охлаждают, приливают 1—2 $см^3$ дистиллированной воды, затем осторожно испаряют влагу из пробы на кипящей водяной бане до сухого остатка, а сухой остаток (золу) снова прокаливают до получения золы вышеуказанного цвета.

Тигель с прокаленной золой переносят в эксикатор, охлаждают в течение 35—40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Прокаливание повторяют, выдерживая тигель с золой в муфельной печи при температуре 500—600 °С в течение 1 ч. После охлаждения тигель снова взвешивают. Взвешивание тигля с золой следует производить быстро, т.к. зола большинства продуктов гигроскопична. Прокаливание золы ведут до постоянной массы.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю золы X_1 (на сухую массу) и X_2 (на сырую массу), %, вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)};$$

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

где m — масса навески испытуемого концентрата, г;

m_1 — масса тигля с золой после прокаливания, г;

m_2 — сумма масс тигля после прокаливания и золы беззольного фильтра, г;

W — массовая доля влаги в испытуемом концентрате, %.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Окончательный результат вычислений округляют до второго десятичного знака.

2.2—2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ, НЕРАСТВОРИМОЙ В СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на получении остатка после обработки золы соляной кислотой при нагревании и последующем весовом определении массовой доли нерастворившегося остатка, представляющего собой сумму нерастворимых веществ минеральной основы пищевого продукта и посторонних минеральных примесей.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Печь муфельная с диапазоном нагрева от 50 до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ±25 °С.

Шкаф сушильный электрический с диапазоном нагрева от 40 до 150 °С, обеспечивающий поддержание заданной температуры в пределах ±5 °С.

Плитка электрическая (асбестированная) по ГОСТ 14919—83.

Горелка газовая.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Баня водяная.

Воронки стеклянные диаметром 100 мм по ГОСТ 25—90.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 $см^3$.

Фильтры беззольные «синяя лента» диаметром 90—125 мм.

Кислота соляная, х.ч., по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., плотностью 1,19 $г/см^3$, раствор массовой концентрацией 100 $г/дм^3$.

Серебро азотнокислое, х.ч., по ГОСТ 1277—75, раствор массовой концентрацией 100 $г/дм^3$ или ртуть (I) азотнокислая 2-водная по ГОСТ 4521—78, ч.д.а., массовой концентрацией 100 $г/дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3. Проведение испытания

Из аналитической пробы пищевого концентрата берут навеску массой около 5 г с погрешностью не более 0,001 г в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель и озоляют, как указано в п. 2.3.

В тигель с полученной общей золой приливают 30 $см^3$ раствора соляной кислоты массовой концентрацией 100 $г/дм^3$, нагревают на водяной бане в течение 30 мин и фильтруют через беззольный фильтр.

Тигель и осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор-ион с раствором азотнокислого серебра или азотнокислой ртути (I). Фильтр с осадком высушивают на воронке в сушильном шкафу в течение 30 мин, затем переносят в тот же тигель, сжигают и прокаливают в муфельной печи при температуре 500—600 °С. Тигель охлаждают в эксикаторе в течение 35 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю золы, нерастворимой в соляной кислоте X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m'_1 - m'_2) \cdot 100}{m'},$$

где m' — масса навески испытуемого концентрата, г;

m'_1 — масса тигля с остатком, г;

m'_2 — сумма масс тигля после прокаливания и золы беззольного фильтра, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01 %.

3.2—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

gost.e-ecolog.ru