

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2012

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения влаги и сухих веществ

Confectionery. Methods for determination of moisture and dry substances

ГОСТ
5900—73МКС 67.180.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и полуфабрикаты и устанавливает методы определения массовой доли влаги и сухих веществ.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5904.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ ВЫСУШИВАНИЕМ

Сущность метода заключается в высушивании навески изделия и полуфабриката при определенной температуре до постоянно сухой массы и определении потери массы по отношению к навеске.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.1. Метод предназначен для изделий, не растворяемых или частично растворимых в воде: мучных кондитерских изделий, кексов, полуфабрикатов для тортов и пирожных, восточных сладостей, рулетов, халвы, шоколада и шоколадной глазури, пралине, марципана, помады, молочных конфет, ириса, некоторых сбивных изделий, изделий, содержащих спирт, и т.п.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

шкаф сушильный электрический с контактным или техническим терморегулятором;

эксикатор по ГОСТ 25336;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;

бюкса алюминиевая;

палочки стеклянные оплавленные с концов длиной, не препятствующей плотному закрыванию бюкса крышкой;

песок, обработанный соляной кислотой, промытый дистиллированной водой до полного исчезновения кислой реакции (проба на лакмус) и прокаленный;

кальций хлористый по нормативно-технической документации;

цилиндр мерный исполнения 1 или 3, отливной по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см³;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %;

бумага лакмусовая индикаторная красная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

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

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1а. Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %

Отмеривают цилиндром 500 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют дистиллированной водой до 1000 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.1б. Обработка песка

Песок, просеянный через сито с отверстиями диаметром 4—5 мм, промывают водопроводной водой до полного исчезновения мути. Когда промывная вода станет прозрачной, воду сливают, приливают раствор соляной кислоты, перемешивают и оставляют на ночь, затем сливают раствор соляной кислоты и промывают песок водопроводной водой до исчезновения кислой реакции (проба на лакмус), после чего промывают дистиллированной водой, высушивают и прокалывают для удаления органических веществ.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.3.1. Бюксу с палочкой и крышкой без песка или с песком (тара) помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 130—135 °С, выдерживают при этой температуре около 20 мин, затем помещают в эксикатор, дают остыть и взвешивают.

2.3.2. При определении влажности с применением песка в бюксу вносят примерно 6—8-кратное количество песка по отношению к массе навески изделия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Измельченную навеску изделия массой не более 5 г, определяемой с погрешностью не более 0,01 г, взвешивают в предварительно высушенных и взвешенных бюксах со стеклянной палочкой, с прокаленным песком или без песка в зависимости от вида изделия.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4.2. Определение влаги в изделиях, не содержащих добавки, препятствующие равномерному распределению навески изделия в бюксе (патоку, кукурузные хлопья, дробленый орех и т.п.), проводят без песка.

Определение влаги в изделиях, обладающих высокой вязкостью, проводят с песком.

2.4.3. Открытые бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф, на уровне и вокруг шарика термометра, нагретый до температуры (130±2) °С. При внесении бюкса в шкаф температура в нем немного понижается, поэтому отсчет времени высушивания производят с того момента, когда термометр покажет 130 °С.

Длительность высушивания кондитерских изделий устанавливается следующая:

печенья сахарного, затяжного, сдобного, галет, крекера, вафельных листов — 30 мин;
пряников, кексов, саварри, мучных восточных сладостей, выпеченных полуфабрикатов для тортов, пирожных и рулетов — 40 мин;
остальных — 50 мин.

2.4.1—2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.4.4. Если изделие имеет вязкую консистенцию (например ирис) и при перемешивании с песком превращается в комок, то к навеске прибавляют около 1 см³ воды, хорошо перемешивают стеклянной палочкой при подогревании на кипящей водяной бане или в сушильном шкафу, доводят до видимой сухости и ставят в сушильный шкаф, обтерев снаружи бюксы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.5. По окончании высушивания бюксы с навесками неплотно прикрывают крышками, помещают в эксикатор на 30 мин, а затем, плотно закрыв бюксы крышками, взвешивают.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю влаги (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса бюксы с навеской до высушивания, г;
 m_2 — масса бюксы с навеской после высушивания, г;
 m — масса навески изделия, г.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.6. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,3 %, при определении в разных лабораториях — 0,5 %, а в изделиях с влажностью более 20 % — не более 1,0 %.

Пределы возможных значений погрешности измерения — $\pm 0,5$ %, для изделий с массовой долей влаги более 20 % — $\pm 1,3$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.7. Определение массовой доли влаги в диетических изделиях (вафлях, драже, конфетах).

2.7.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Бумага лакмусовая индикаторная красная или универсальная индикаторная.

Бюксы алюминиевые.

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

Палочки стеклянные оплавленные с концов длиной, не препятствующей плотному закрыванию бюкса крышкой.

Песок, обработанный соляной кислотой, промытый дистиллированной водой до полного исчезновения кислой реакции (проба на лакмус) и прокаленный.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Цилиндр отливной 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный электрический.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

2.7.2. Подготовка к анализу — по п. 2.3.

2.7.3. *Проведение анализа*

Измельченную навеску изделия массой от 2 до 3 г, определяемой с погрешностью не более 0,001 г, взвешивают на весах в предварительно высушенных и взвешенных бюксах (для драже с 6—8-кратным количеством прокаленного песка и со стеклянной палочкой), помещают в сушильный шкаф и высушивают при 100—105 °С в течение 3 ч. Затем бюксы, приоткрыв крышки, ставят в эксикатор на 30 мин для охлаждения. По истечении этого времени бюксы плотно закрывают крышками, взвешивают и снова сушат в течение 1 ч.

Если разность первоначальной массы и массы после дополнительного высушивания не превышает 0,001 г, то процесс сушки считают законченным.

Обработка результатов — по пп. 2.5 и 2.6.

2.7—2.7.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРОМ

Сущность метода заключается в определении массовой доли сухих веществ в изделии по коэффициенту преломления его раствора.

3.1. Метод предназначен для кондитерских изделий и полуфабрикатов, растворяющихся в воде и не содержащих молока, жира, спирта (сахарного драже, карамельной массы, сахарной помады, сахаропаточных сиропов), и для изделий, содержащих нерастворимые в воде небольшие примеси растительных тканей (яблочного и желевого мармелада, пастилы, зефира, а также начинок и корпусов, фруктовых, медовых и подобных им конфет).

3.2. *Аппаратура и материалы*

3.2.1. Рефрактометры марок РЛ, РПЛ, РЛУ, УРЛ и другие;

С. 4 ГОСТ 5900—73

темперающее приспособление: термостат или бутылка емкостью около 5 дм³ с нижним тубусом и каучуковой трубкой с винтовым зажимом, подводящей воду к призмам рефрактометра;
стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;
цилиндры отливные 1—10 или 1—25, или 3—25 по ГОСТ 1770;
палочка стеклянная с наконечником из резиновой трубки;
термометр по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации со шкалой 100 °С, с ценой деления 1 °С;
вата по ГОСТ 5556;
марля по ГОСТ 9412;
баня водяная;
электролампа;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104 или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. На нижнюю призму рефрактометра при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником наносят две капли дистиллированной воды и в течение 5 мин темперируют призмы, направив пучок света в окошко оправы призм. Окуляр передвигают до совмещения визира с границей темного и светлого полей. Рефрактометр считается установленным, если граница полей будет находиться против показателя преломления 1,333 при 20 °С, который соответствует 0 % сухих веществ. Если будет отклонение, то с помощью специального торцового ключика, прилагаемого к прибору, устанавливают границу темного и светлого полей против показателя 1,333, соблюдая температуру 20 °С.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Если проба имеет жидкую консистенцию (сахарные и сахарно-паточные сиропы и т.п.), две капли ее наносят на призму рефрактометра, темперируют их в течение 5 мин, передвигая окуляр до смещения визира с границей темного и светлого полей, и, отметив температуру по термометру, установленному на рефрактометре, отсчитывают по шкале процент сухих веществ. Температура может быть в пределах от 15 до 30 °С.

3.4.2. Для приведения показания рефрактометра к температуре 20 °С пользуются температурными поправками, указанными в табл. 1.

Таблица 1

| °С | Поправка | °С | Поправка | °С | Поправка |
|----|----------|----|----------|----|----------|
| 15 | -0,38 | 20 | 0 | 25 | +0,40 |
| 16 | -0,30 | 21 | +0,08 | 26 | +0,48 |
| 17 | -0,24 | 22 | +0,16 | 27 | +0,56 |
| 18 | -0,16 | 23 | +0,24 | 28 | +0,64 |
| 19 | -0,08 | 24 | +0,32 | 29 | +0,73 |
| | | | | 30 | +0,81 |

Для этого производят не менее трех отсчетов, каждый раз нанося на призмы испытуемую жидкость, и берут среднеарифметическое показаний рефрактометра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Если проба имеет твердую или очень густую консистенцию, или содержит кристаллы сахара и при рефрактометрировании в пробе отсутствует хорошо и четко различимая граница между темным и светлым полями, видимыми в окуляре рефрактометра, во взвешенную вместе с крышкой и стеклянной палочкой бюксу или стаканчик с часовым стеклом помещают навеску продукта массой 5—10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, приливают воду в количестве, примерно равном величине навески.

Навеску растворяют в открытой бюксе при перемешивании, ускоряя растворение нагреванием на водяной бане при температуре 60—70 °С, после чего раствор охлаждают, закрывают бюксу крышкой, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и рефрактометрируют, как указано в пп. 3.4.1 и 3.4.2, вводя поправку к полученному отсчету массовой доли сухих веществ в растворе навески.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю сухих веществ (X_1) в процентах в исследуемом изделии вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot m_1}{m},$$

где a — показание рефрактометра;

m_1 — масса раствора навески, г;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.2. При определении сухих веществ рефрактометром в карамельной массе, изготовленной с патокой, а также в сахарно-паточных сиропах или сахарной помаде, содержащей патоку, в получаемые результаты, выраженные в процентах сухих веществ, вводят поправки в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

| Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара | Поправки | Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара | Поправки |
|---------------------------------------------------------------|----------|---------------------------------------------------------------|----------|
| 5 | -0,04 | 60 | -0,97 |
| 10 | -0,16 | 65 | -1,03 |
| 15 | -0,27 | 70 | -1,09 |
| 20 | -0,37 | 75 | -1,14 |
| 25 | -0,46 | 80 | -1,19 |
| 30 | -0,55 | 85 | -1,24 |
| 35 | -0,63 | 90 | -1,28 |
| 40 | -0,71 | 95 | -1,33 |
| 45 | -0,78 | 100 | -1,37 |
| 50 | -0,85 | 105 | -1,41 |
| 55 | -0,91 | 110 | -1,45 |

Поправки к массовой доле сухих веществ в процентах в изделиях из сахара и патоки даны из расчета, что каждый процент сухих веществ патоки завышает истинную массовую долю сухих веществ на 0,033 %, а каждый процент сухих веществ инвертного сиропа, содержащего в среднем 75 % редуцирующих веществ, снижает истинную массовую долю сухих веществ на 0,026 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5.3. При определении сухих веществ рефрактометром в карамельной массе, изготовленной с уменьшенным количеством патоки и замещением недостающих редуцирующих веществ инвертным сиропом, вводят следующие поправки в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

| Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара | Поправки | Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара | Поправки |
|---------------------------------------------------------------|----------|---------------------------------------------------------------|----------|
| 40 | -0,44 | 20 | 0,00 |
| 35 | -0,33 | 15 | +0,12 |
| 30 | -0,23 | 10 | +0,24 |
| 25 | -0,13 | 5 | +0,36 |

Расчет поправок к количеству сухих веществ, определяемых рефрактометром, сделан исходя из рецептурных дозировок и стандартных показателей патоки. Рецептурные данные инвертного сиропа являются средними величинами.

Примеры расчета массовой доли сухих веществ в карамельной массе приведены в приложении.

3.5.4. Определение массовой доли сухих веществ рефрактометром в яблочном и желейном мармеладах производят по пп. 3.4.1 и 3.4.3 и в вычисленный процент сухих веществ вводят следующие поправки:

| | |
|------------------------------------------|------|
| мармелад яблочный формовой | +0,7 |
| мармелад пластовый | +0,9 |
| мармелад желейный формовой | -0,3 |
| мармелад фруктовый | +0,8 |
| дольки лимонные и апельсиновые | -0,3 |

3.5.5. Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,3 %, при определении в разных лабораториях — 0,5 %, а в изделиях с влажностью более 20 % — не более 1,0 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.6. Предел возможных значений погрешности измерения 0,5 % ($P = 0,95$); для изделий с массовой долей влаги более 20 % — 1,3 % ($P = 0,95$).

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ПРИМЕРЫ РАСЧЕТА МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ
В КАРАМЕЛЬНОЙ МАССЕ

Пример 1. Карамельная масса изготовлена согласно рецептуре: 100 кг сахара + 50 кг патоки.
 Навеска карамельной массы — 5,03 г.
 Масса раствора навески — 8,79 г.
 Отчет по рефрактометру при температуре 22 °С — 55,9 %.
 Температурная поправка — 0,16.
 Массовая доля сухих веществ

$$\frac{(55,9 + 0,16) \cdot 8,79}{5,03} = 97,970 \% ,$$

Поправка по табл. 2 настоящего стандарта равна, без учета нарастания редуцирующих веществ, 0,85.
 Массовая доля сухих веществ в карамельной массе:

$$97,97 - 0,85 = 97,12 \% .$$

Влажность карамельной массы

$$100 - 97,12 = 2,88 \% .$$

Пример 2. Карамельная масса изготовлена по рецептуре: 100 кг сахара + 15 кг патоки + 19,3 кг инвертного сиропа с 75 % редуцирующих веществ.
 Навеска карамельной массы — 5,23 г.
 Масса раствора навески — 10,77 г.
 Температура — 27 °С.
 Отчет по шкале рефрактометра — 47,1 %.
 Видимая массовая доля сухих веществ составляет: $47,1 + 0,56 = 47,66$ %, а в самой карамельной массе без поправок за счет сухих веществ патоки и инверта

$$\frac{47,66 \cdot 10,77}{5,23} = 98,14 \% .$$

Окончательный результат массовой доли влаги, с учетом поправки на патоку и инверт, составит:

$$98,14 + 0,12 = 98,26 \% \text{ сухих веществ.}$$

Влажность карамельной массы

$$100 - 98,26 = 1,74 \% .$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. М. Истомина, канд. техн. наук; Б. В. Кафка, канд. техн. наук.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.10.73 № 2475

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|-----------------------------------------|---------------------|
| ГОСТ 1770—74 | 2.2.1; 2.7.1; 3.2.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2.1, 2.7.1 |
| ГОСТ 5556—81 | 3.2.1 |
| ГОСТ 5904—82 | 1.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 3.2.1 |
| ГОСТ 9412—93 | 3.2.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 2.2.1; 2.7.1; 3.2.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.2.1; 2.7.1; 3.2.1 |
| ГОСТ 28498—90 | 3.2.1 |

5. Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта СССР от 19.12.91 № 2010

6. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2012 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в феврале 1980 г., июне 1986 г., январе 1991 г., декабре 1991 г. (ИУС 4—80, 9—86, 5—91, 4—92)