
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
53164—
2008

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения содержания сухого обезжиренного остатка какао в шоколадных изделиях

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2012

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 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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 149 «Кондитерские изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 602-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения следующих международных стандартов:

ИСО 23275-1:2006 «Животные и растительные жиры и масла. Эквиваленты масла какао в масле какао и обыкновенном шоколаде. Часть 1. Определение наличия эквивалентов масла какао» (ISO 23275-1:2006 «Animal and vegetable fats and oils — Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate — Part 1: Determination of the presence of cocoa butter equivalents»);

ИСО 23275-2:2006 «Животные и растительные жиры и масла. Эквиваленты масла какао в масле какао и обыкновенном шоколаде. Часть 2. Определение количества эквивалентов масла какао» (ISO 23275-2:2006 «Animal and vegetable fats and oils — Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate — Part 2: Quantification of cocoa butter equivalents»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2012 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

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

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения содержания сухого обезжиренного остатка какао
в шоколадных изделиях

Confectionery.

Method for determination of the dry fat-free solids of cocoa content in chocolate products

Дата введения — 2010—01—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 метод определения массовой доли сухого обезжиренного остатка какао в диапазоне измерений от 0 % до 50 %.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 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 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5839—77 Натрий щавелевокислый. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

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

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 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

Метод основан на удалении из анализируемого продукта липидной фракции петролевым эфиром и водорастворимой фракции дистиллированной водой.

4 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

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

5 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.018, электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технических документах 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 сухого обезжиренного 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 $\pm 0,2 \text{ мг}$.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне $160 ^\circ\text{C} \text{ — } 180 ^\circ\text{C}$.

Термометр жидкостной с диапазоном измерений $0 ^\circ\text{C} \text{ — } 100 ^\circ\text{C}$ и ценой деления $1 ^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498.

Цилиндры 1 — 50 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

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 $100 ^\circ\text{C}$ с погрешностью не более $\pm 2 ^\circ\text{C}$.

Стаканы В-1-50 ТХС ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250-14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 1-1000-1 ГОСТ 1770.

Воронки ВФ-1-100 ХС ГОСТ 25336.

Стекло химико-лабораторное (палочки) по ГОСТ 21400.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий щавелевокислый х.ч. по ГОСТ 5839.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эфир петролейный о.с.ч. по [1].

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 натрия щавелевокислого с массовой долей 1 %

Навеску натрия щавелевокислого массой 10,0 г растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в 400 — 500 см³ дистиллированной воды, объем раствора доводят до метки.

10 Выполнение измерений

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

Навеску подготовленной пробы шоколада без добавлений массой 10 — 15 г взвешивают на весах с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в центрифужную пробирку и добавляют 30 — 35 см³ петролейного эфира, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Операцию повторяют три раза, каждый раз сливая надосадочную жидкость.

Образовавшийся осадок высушивают на водяной бане, затем продолжают сушку в сушильном шкафу при температуре 100 °С, и полученный высушенный осадок растирают в порошок стеклянной палочкой.

Порошок заливают дистиллированной водой, имеющей температуру (20 ± 2) °С, тщательно взбалтывают и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Процедуру повторяют до получения прозрачной надосадочной жидкости.

Осадок заливают 30 — 35 см³ этилового спирта, тщательно перемешивают и затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Процедуру повторяют два раза.

После этого осадок заливают 30 — 35 см³ петролейного эфира, тщательно взбалтывают, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин, и образовавшуюся надосадочную жидкость сливают.

Осадок высушивают на водяной бане в вытяжном шкафу. Затем сушку проводят в сушильном шкафу при 100 °С до достижения постоянной массы. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

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

Навеску подготовленной пробы шоколада с добавлением молока и (или) продуктов его переработки массой 10 — 15 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в центрифужную пробирку и добавляют 30 — 35 см³ петролейного эфира, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Операцию повторяют три раза, каждый раз сливая надосадочную жидкость.

Осадок высушивают на водяной бане в вытяжном шкафу. Затем досушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С до постоянной массы.

Высушенный осадок растирают в порошок стеклянной палочкой.

Затем полученный порошок заливают 30 — 35 см³ раствора натрия щавелевокислого с массовой долей 1 %, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, выдерживают 30 мин и центрифугируют в

течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Процедуру повторяют три раза.

Полученный осадок заливают дистиллированной водой, тщательно взбалтывают и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин. Надосадочную жидкость сливают. Процедуру повторяют до получения прозрачной надосадочной жидкости.

Полученный осадок заливают 30 — 35 см³ этилового спирта, тщательно взбалтывают, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин и образовавшуюся надосадочную жидкость сливают. Процедуру повторяют два раза.

Затем осадок заливают 30 — 35 см³ петролейного эфира, тщательно взбалтывают, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 3000 об/мин и образовавшуюся надосадочную жидкость сливают.

Осадок высушивают на водяной бане в вытяжном шкафу. Продолжают сушку в сушильном шкафу при 100 °С до достижения постоянной массы. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую долю обезжиренного сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M \cdot 1,43) 100}{m}, \quad (1)$$

где M — масса высушенного осадка, г;

1,43 — коэффициент пересчета;

m — масса навески шоколада, взятой для анализа, г.

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

За окончательный результат определения массовой доли обезжиренного сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

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

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ Р ИСО 5725-6).

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

$$(X_{cp} \pm \Delta)\% \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где X_{cp} — среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли обезжиренного сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли обезжиренного сухого остатка какао в шоколаде без добавлений и с добавлением молока и (или) продуктов его переработки, приведенное в таблице 1, %.

Таблица 1

| Диапазон измерений массовой доли, % | Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$), $P = 0,95$ r , % | Предел воспроизводимости ($m = 2$), $P = 0,95$ R , % | Показатель точности (границы абсолютной погрешности), $\pm \Delta$, %, $P = 0,95$ |
|-------------------------------------|---|--|--|
| От 0 до 50 включ. | 0,3 | 0,5 | 0,5 |

Библиография

- [1] ТУ 6-02-1244—83 Петролейный эфир. Технические условия

УДК 663.918.4:006.354

ОКС 67.190

H49

ОКП 9109

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