

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения влаги и сухих веществ

Confectionery.
Methods for determination
of moisture and dry substances

ГОСТ
5900—73

Взамен
ГОСТ 5900—63

МКС 67.180.10
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13 ноября 1973 г. № 2475 дата введения установлена

01.01.75

Проверен в 1991 г. Постановлением Госстандарта СССР от 19.12.91 № 2010 снято ограничение срока действия

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—82.

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, нерастворимых 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

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104—88* или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Шкаф сушильный электрический с контактным или техническим терморегулятором.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82.

Бюкса алюминиевая.

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

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание 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).

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—74, вместимостью 250 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 20 %.

Бумага лакмусовая индикаторная красная.

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

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 муты. 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 прокаливают 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 °С—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 бюксе 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 бюкс 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, слобного, галет, крекера, вафельных листов — 30 мин;

пряников, кексов, саварры, мучных восточных сладостей, выпеченных полуфабрикатов для тортов, пирожных и рулетов — 40 мин;

остальных — 50 мин.

2.4.2, 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 значение 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—88.

Палочки стеклянные оплавленные с концов длиной, не препятствующей плотному закрыванию бюкс 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—82.

Цилиндр отливной 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770—74.

Шкаф сушильный электрический.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 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 °С—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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

С. 4 ГОСТ 5900—73

3.2. Аппаратура и материалы

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

Приспособление temperирующее: 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—82.

Цилиндры отливные 1—10 или 1—25, или 3—25 по ГОСТ 1770—74.

Палочка стеклянная с наконечником из резиновой трубки.

Термометр по ГОСТ 28498—90 со шкалой 100 °С, с ценой деления 1 °С.

Вата по ГОСТ 5556—81.

Марля по ГОСТ 9412—93.

Баня водяная.

Электролампа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104—88 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 temperируют 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, temperируют их в течение 5 мин, передвигая окуляр до совмещения 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 °С 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 проводят не менее трех отсчетов, каждый раз нанося на призмы испытуемую жидкость, и берут среднеарифметическое значение 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 °С—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.

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 2

Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка	Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка
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

Таблица 3

Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка	Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка
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 значение 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).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

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:

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

Влажность карамельной массы

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