
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
8756.9—
2016

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения осадка

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2016 г. № 1061-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8756.9—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8756.9—78

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Отбор и подготовка проб	2
4 Сущность метода	2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы	2
6 Условия проведения измерений	3
7 Проведение измерений	3
8 Обработка и оформление результатов измерений	3
9 Контроль качества результатов измерений	4
10 Требования безопасности	4
Библиография	6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения осадка

Fruit and vegetable products. Method for determining residue quantity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки фруктов и овощей, в том числе на соковую продукцию, компоты, экстракты (далее — продукты) и устанавливает метод определения массовой доли осадка.

Диапазон измерений массовой доли осадка от 0,2 % до 10,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ ИСО 5725-2—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы. Основные параметры и размеры.

ГОСТ 26313—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

ГОСТ 26671—2014 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313.

Подготовка лабораторных проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до уровня содержания растворимых сухих веществ, указанных в [1] для каждого вида восстановленного сока (пюре).

4 Сущность метода

Метод основан на отделении осадка от продукта центрифугированием с предварительным нагревом продукта на водяной бане и определении массовой доли выделившегося осадка гравиметрическим методом.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

При проведении измерений используют следующие материалы и оборудование.

Весы с наибольшим пределом взвешивания 220 г и пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,02$ мг.

Центрифуга лабораторная, с фактором разделения не менее 1500 g и ротором с адаптерами для пробирок соответствующей вместимости.

Баня водяная, оснащенная терморегулятором, обеспечивающая поддержание температурного режима 85 °C—90 °C, с погрешностью ± 2 °C.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 третьей степени чистоты или вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Секундомер, таймер или часы электронные.

Термометр жидкостной по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °C до 100 °C и ценой деления $\pm 1,0$ °C.

Пробирки стеклянные для центрифугирования вместимостью 10 или 25 см³ типа ПЗ по ГОСТ 25336 или пробирки центрифужные вместимостью 10, 15 или 25 см³ из полимерных материалов.

Пипетки вместимостью 20 и 25 см³ с одной отметкой, 2-го класса точности, любого исполнения по ГОСТ 29169.

Колбы конические или круглодонные любых исполнений вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также посуды, реактивов и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Условия проведения измерений

При подготовке к проведению измерений и проведении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- влажность воздуха не более 80 %;
- напряжение в питающей сети $(220 \pm 22) \text{ В}$;
- частота переменного тока в питающей сети $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не должно быть загрязненности воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация или другие факторы, влияющие на измерения.

7 Проведение измерений

7.1 Сухие центрифужные пробирки взвешивают с погрешностью $\pm 0,0001 \text{ г}$.

7.2 Из лабораторной пробы продукта после ее перемешивания, не давая осесть осадку, в стеклянный стакан или колбу наливают около 150 см^3 продукта.

7.3 Из подготовленной по 7.2 пробы, перемешивая, отбирают пипеткой аликвоты по 15 или по 25 см^3 в каждую из четырех центрифужных пробирок, а затем пробирки с анализируемым продуктом взвешивают с точностью до $0,0001 \text{ г}$ (m_1 , г).

Пробирки помещают в водяную баню, нагревают до $85 ^\circ\text{C}$ — $90 ^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре 3 мин. Затем пробирки с продуктом переносят в центрифугу и центрифугируют с фактором разделения не менее 1500 g в течение 20 мин. По истечении времени пробирки вынимают, осторожно сливают супернатант, ставят пробирки вверх дном на фильтровальную бумагу для стекания остатков жидкости. Через 10 мин следы жидкости, сохранившиеся на стенках пробирки, осторожно, не нарушая осадка, удаляют полосками фильтровальной бумаги. Пробирки с осадком взвешивают с точностью до $0,0001 \text{ г}$ (m_2 , г).

7.4 При использовании центрифужных пробирок вместимостью 10 см^3 осадок получают в два этапа: вначале в каждую пробирку помещают по 10 см^3 анализируемого продукта и взвешивают. Пробирки с содержимым подогревают, центрифугируют, как указано в 7.1, осторожно сливают супернатант и взвешивают. В эти же пробирки вносят еще по 10 см^3 исследуемого продукта и снова взвешивают.

После подогрева, центрифугирования, сливания супернатанта и выдерживания пробирок в течение 10 мин вверх дном на фильтровальной бумаге для стекания жидкости, удаления следов жидкости со стенок, пробирки с накопившимся осадком взвешивают.

7.5 Аликвоты продукта, отобранные по 7.3 или 7.4, считают параллельными определениями.

8 Обработка и оформление результатов измерений

8.1 Массовую долю осадка в продукте X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса пустой пробирки по 7.1, г;

m_1 — масса пробирки с пробой продукта, г;

m_2 — масса пробирки с осадком, г.

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

8.2 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{\text{макс}} - X_{\text{мин}}}{\bar{X}} \cdot 100 \leq CR_{0,95}(4), \quad (2)$$

где $X_{\text{макс}}$, $X_{\text{мин}}$ — наибольший и наименьший результаты четырех параллельных определений, %;

$\bar{X}$ — среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений, %;

$CR_{0,95}(4)$ — критический диапазон (допускаемое относительное расхождение результатов четырех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$), %.

Значения $CR_{0,95}(4)$ приведены в таблице 1.

В случае невыполнения условия приемлемости (2) применяют методы получения окончательного результата измерений по ГОСТ ИСО 725-6, пункт 5.2.3.

8.3 Расхождение между результатами двух измерений, полученными на идентичных пробах в разных лабораториях при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$, т. е. должно выполняться условие

$$\frac{|X_{1\text{лаб}} - X_{2\text{лаб}}|}{\bar{X}_{\text{лаб}}} \cdot 100 \leq CD_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{1\text{лаб}}$, $X_{2\text{лаб}}$ — результаты измерений в двух разных лабораториях, признанных приемлемыми по 8.2, %;

$\bar{X}_{\text{лаб}}$ — среднеарифметическое значений $X_{1\text{лаб}}$ и $X_{2\text{лаб}}$, %;

$CD_{0,95}$ — критическая разность (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ при числе параллельных определений в каждой лаборатории, равном четырем), %.

Значения $CD_{0,95}$ приведены в таблице 1.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3.).

8.4 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 5.10) с указанием метода измерения и настоящего стандарта.

Если массовая доля осадка выходит за пределы границ диапазона измерений, то результат измерений выражают как: «Массовая доля осадка менее 0,2 %» или «Массовая доля осадка более 10,0 %».

Т а б л и ц а 1 — Основные метрологические характеристики метода

Диапазон измерений массовой доли осадка, %	Критический диапазон (допускаемое относительное расхождение результатов четырех параллельных определений при $P = 0,95$) $CR_{0,95}(4)$, %	Критическая разность (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе параллельных определений в каждой лаборатории, равном четырем) $CD_{0,95}$, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,2 до 10,0 включ.	25	28	6	20
П р и м е ч а н и е — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента, проведенного в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2 (раздел 5), с участием четырех лабораторий.				

9 Контроль качества результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 6.2.2, 6.2.3), используя методы контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (пункт 4.2).

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

Требования электробезопасности при работе с приборами по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

10.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие среднее специальное образование, опыт работы с данным оборудованием и знакомые с данным методом.

10.3 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

Библиография

- [1] ТР ТС 023/2011 Технический регламент Таможенного союза «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей», принятый Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 882

УДК 664.863.001.4:006.354МКС 67.080.01
67.160.20

H69

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, соковая продукция, экстракты, массовая доля осадка, гравиметрический метод

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.09.2016. Подписано в печать 04.10.2016. Формат 60 × 84^{1/8}. Гарнитура Ариал.

Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 49 экз. Зак. 2395.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru