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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33313— 2015

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение формольного числа методом потенциометрического титрования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «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 18 июня 2015 г. № 47)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июля 2015 г. № 1028-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33313—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Условия проведения измерений 3
8 Подготовка к проведению измерений 3
9 Проведение измерений 3
10 Обработка и оформление результатов измерений 4
11 Метрологические характеристики 5
12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории 5
13 Требования безопасности 6
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение формольного числа методом потенциометрического титрования

Juice products. Determination of formol number by potentiometric method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары и сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, в том числе обогащенные и предназначенные для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает метод потенциометрического титрования для определения (измерения) формольного числа.

Диапазон измерений формольного числа — от 1 до 30 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, расходуемого на титрование 100 $см^3$ пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ISO 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения[1)]

ГОСТ ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий[3)]

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

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

[3)] Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

Издание официальное

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания[1)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **формольное число:** Объем раствора гидроокиси натрия в кубических сантиметрах концентрацией 0,1 моль/дм^3, расходуемый на титрование 100 см^3 пробы соковой продукции.

Примечание — Формольное число косвенно характеризует суммарное содержание в соковой продукции аминокислот со свободными первичными аминогруппами (общий и аминный азот), а также свободного и связанного аммиака.

4 Сущность метода

Метод основан на связывании первичных аминогрупп аминокислот и аммиака избытком формальдегида с образованием соответствующих метиленовых производных и последующим обратным титрованием свободных карбоксильных групп раствором гидроксида натрия.

По количеству израсходованного раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию, определяют формольное число, при этом принимают, что количество карбоксильных групп эквивалентно количеству первичных аминогрупп, прореагировавших с формальдегидом.

Точку эквивалентности устанавливают потенциометрически при 8,1 ед. pH.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,005 г.

Титратор с функцией потенциометрического титрования, в комплекте с pX-метром (иономером) с диапазоном измерений активности от минус 20,00 до 20,00 ед. pH(pX) (потенциала от минус 2000,0 до 2000,0 мВ) и основной относительной погрешностью титрования ± 1,0 %.

Электрод комбинированный стеклянный со встроенным одноключевым электродом сравнения с диапазоном измерений от 0 до 12 ед. pH при температуре 25 °С.

Мешалка магнитная.

Цилиндры мерные 1—50 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 2—2—1, 2—2—5, 2—2—10 по ГОСТ 29169.

Микробюретка вместимостью 10 см^3 и ценой наименьшего деления ± 0,02 см^3.

Колба мерная 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стакан лабораторный В-1—150 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Формалин с массовой долей формальдегида не менее 35 %.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, х. ч.

Вода по ГОСТ ISO 3696, 2-й степени чистоты.

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 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка лабораторных проб — по ГОСТ 26671.

6.2 Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до достижения значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствующих восстановленных соках (пюре), установленного в соответствии с [1].

6.3 Соковую продукцию из цитрусовых фруктов разбавляют из расчета 5 $см^3$ пробы на 20 $см^3$ воды. При разведении вычисляют фактор разведения *F*, определяемый как отношение объема пробы после разведения к исходному объему пробы, взятому для разведения.

7 Условия проведения измерений

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

- температура окружающего воздуха, °С ..... 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа ..... 97 ± 10;
- относительная влажность, % ..... от 40 до 90;
- напряжение в питающей сети, В ..... 220 ± 20;
- частота тока в питающей сети, Гц ..... 50 ± 1.

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

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка потенциометрического титратора к работе

Включение и подготовку потенциометрического титратора к работе, вывод его на рабочий режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Режим работы прибора и режим титрования устанавливают в зависимости от типа применяемого оборудования в соответствии с рекомендациями изготовителя.

8.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

Для приготовления раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки водой по ГОСТ ISO 3696 и перемешивают.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ и установку его точной концентрации допускается проводить потенциометрически в условиях проведения измерений по ГОСТ 25794.1.

8.3 Раствор формалина, нейтрализованный до (8,1 ± 0,2) ед. pH

Формалин наливают в стакан и нейтрализуют при перемешивании путем прибавления по каплям раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 8.2 непосредственно перед проведением измерений, до (8,1 ± 0,1) ед. pH, регистрируя показания pX-метра (иономера).

9 Проведение измерений

Проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

Подготовленную по разделу 6 лабораторную пробу соковой продукции объемом 25 $см^3$ переносят в стакан, добавляют 1 $см^3$ перекиси водорода, в раствор погружают электроды pX-метра

(иономера), включают мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 8.2, до значения (8,1 ± 0,1) ед. pH. Затем, не останавливая перемешивания в нем раствора, добавляют пипеткой 10 см^3 раствора формалина и через минуту после окончания реакции продолжают титрование раствором гидроокиси натрия до значения (8,1 ± 0,1) ед. pH.

Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина, отсчитывая показания по шкале микробюретки с точностью до 0,02 см^3. Если общий объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина, превышает 20 см^3, то титрование повторяют, используя свежую порцию пробы соковой продукции объемом 25 см^3 и добавляя к ней 15 см^3 раствора формалина.

После каждого измерения электроды промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Формольное число X, см^3, раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы вычисляют по формуле

$$X = 4 \cdot V(\text{NaOH}) \cdot F, \quad (1)$$

где 4 — коэффициент пересчета объема пробы соковой продукции (см. раздел 9), взятого для титрования, на объем пробы 100 см^3;

V(NaOH) — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование после добавления раствора формалина (см. раздел 9), см^3;

F — фактор разведения пробы соковой продукции, подготовленной по разделу 6.

Все вычисления проводят до первого десятичного знака.

10.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает предела повторяемости $r_{отн}$, при доверительной вероятности P = 0,95

$$2 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le 0{,}01 \cdot r_{отн}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений формольного числа, см^3;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Таблица 1 — Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона $CR_{0,95}\,(4)_{отн}$ при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений формольного числа, см^3, раствора c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) $r_{отн}$, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95}\,(4)_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$, %
От 1 до 10 включ.	11	14	42
Св. 10 до 30 включ.	6	7	14

10.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с методом измерений, изложенным в настоящем стандарте. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если относительное расхождение между ними при соблюдении условий согласно ГОСТ ISO 5725-6—2003 (раздел 5) не превышает значения критического диапазона $CR_{0,95}\,(4)$ (см. таблицу 1) при доверительной вероятности P = 0,95.

10.4 Если расхождение полученных четырех результатов параллельных измерений больше $CR_{0,95}\,(4)$, измерения приостанавливают и выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в полном соответствии с настоящим стандартом.

10.5 Расхождение между двумя окончательными результатами измерений, полученными в двух лабораториях (m = 2) при соблюдении условий воспроизводимости [ГОСТ ISO 5725-1—2003 (подраздел 3.18)] относительно их среднеарифметического значения не должно превышать предела воспроизводимости $R_{отн}$ (см. таблицу 1). При выполнении этого условия приемлемы оба результата, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6—2003 (пункты 5.3.3—5.3.4).

10.6 Окончательный результат измерения регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием настоящего стандарта в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений формольного числа, выполненных в условиях повторяемости, см^3;

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения, см^3, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \quad (4)$$

где $\pm \delta$ — границы относительной погрешности измерения (см. таблицу 2), %.

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности, выраженное числом, содержащим не более двух значащих цифр.

11 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

Диапазон измерений формольного числа, см^3 раствора c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r_{отн}}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R_{отн}}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) $\pm \delta$, %
От 1 до 10 включ.	4	15	31
Св. 10 до 30 включ.	2	5	14

12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

12.1 Контроль качества результатов измерений предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений [на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности, погрешности].

Организацию и оценку результатов контроля осуществляют в соответствии с рекомендациями [2].

12.2 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ ISO 5725-6 и [2], используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и погрешности по ГОСТ ISO 5725-6 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—2009 (пункт 4.2).

13 Требования безопасности

13.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности: при работе в лаборатории — по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с требованиями, изложенными в инструкциях по эксплуатации оборудования.

13.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие образование не ниже среднего специального, изучившие инструкции по работе с потенциометрическим титратором и владеющие данным методом.

Библиография

[1] ТР ТС 023/2011 Технический регламент Таможенного союза «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей»

[2] РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, формольное число, потенциометрическое титрование

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 23.10.2019. Подписано в печать 10.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru