МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34127— 2017

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение титруемой кислотности 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) при участии акционерного общества «Мултон» (АО «Мултон»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2017 г. № 100-П)

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 октября 2017 г. № 1320-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34127—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 750—2013 в части потенциометрического метода в соковой продукции

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 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, 2017, 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 методов 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Подготовка к измерениям 3
7 Отбор и подготовка проб 4
8 Проведение измерений 4
9 Обработка и оформление результатов измерений 5
10 Контроль качества результатов измерений 7
11 Требования безопасности 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение титруемой кислотности методом потенциометрического титрования

Juice products. Determination of titratable acidity by method of potentiometric titration

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соковую продукцию из фруктов и овощей и устанавливает потенциометрический метод определения (измерения) титруемой кислотности:

- в автоматическом режиме (метод А)*;
- в ручном режиме (метод Б).

Диапазон измерения массовой доли титруемых кислот — от 0,1 % до 35,0 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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

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

* Метод А является контрольным.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

Издание официальное

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

ГОСТ 6341 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Бюретки. Общие требования

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 казателям 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **титруемая кислотность:** Массовая доля минеральных и органических кислот, содержащихся в пробе соковой продукции, определяемая титрованием, в пересчете на содержание преобладающей в пробе кислоты.

Примечание — Массовую долю титруемых кислот соковой продукции, произведенной из яблок, пересчитывают на яблочную кислоту, из винограда — на винную кислоту, из остальных видов фруктов и овощей — на лимонную кислоту.

3.2 **титрант:** Раствор с точно известной концентрацией (титром), используемый для титрования.

3.3 **коэффициент поправки:** Отношение фактической концентрации титранта к номинальной концентрации.

3.4 **установочное вещество:** Реактив с известной концентрацией, используемый для определения коэффициента поправки титранта.

4 Сущность методов

Методы основаны на потенциометрическом титровании пробы соковой продукции раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до значения pH 8,1 ед. pH.

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

Титратор автоматический с бюреткой вместимостью 10 или 20 см^3, с пределом допускаемой погрешности измерений ± 0,2 %, с комбинированным стеклянным pH-электродом со встроенным электродом сравнения и температурной компенсацией, для прямого измерения pH в диапазоне от 0 до 14 ед. pH в водной среде с низкой ионной силой с пределом допускаемой погрешности измерений

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

** Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

± 0,05 ед. pH, мешалкой с регулируемой частотой вращения и датчиком температуры с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,1 °С.

Бюретка 2-го класса точности вместимостью 25 $см^3$ с ценой наименьшего деления 0,05 $см^3$ по ГОСТ 29251.

pH-метр, снабженный стеклянным электродом и электродом сравнения или комбинированным стеклянным электродом для прямых измерений pH в водных средах в диапазоне от 0 до 14 ед. pH и системой температурной компенсации, с пределом допускаемой погрешности измерений ± 0,05 ед. pH.

Мешалка магнитная с плавным регулированием частоты вращения.

Трубка поглотительная, например, типа ТХ-П по ГОСТ 25336 с материалом, поглощающим атмосферный диоксид углерода (например, гидроксид натрия на гранулированном носителе).

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г.

Стаканы стеклянные или пластиковые для титрования.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Растворы буферные с номинальными значениями 4,01, 6,86 и 9,18 ед. pH, приготовленные из стандарт-титров по ГОСТ 8.135—2004 (пункт 3.4) с погрешностью ± 0,03 ед. pH.

Примечание — Допускается использование буферных растворов, рекомендованных изготовителем оборудования.

Раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (далее — титрант), приготовленный по ГОСТ 25794.1—83 (пункт 2.2) с использованием дистиллированной воды, не содержащей диоксида углерода, по ГОСТ 4517—2016 (пункт 2.38).

Примечание — Допускается использование готового раствора гидроксида натрия, рекомендованного изготовителем оборудования.

Вещества установочные: кислота янтарная по ГОСТ 6341 или калия гидрофталат х. ч. или ч. д. а. или стандартный образец состава калия фталевокислого кислого 1-го разряда по ГСО (МСО) 2216-81.

Мельница лабораторная, блендер или другое оборудование для измельчения клеток цитрусовых фруктов.

Насос водоструйный.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже вышеуказанных и вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

6 Подготовка к измерениям

6.1 Подготовка средств измерений к работе

Средства измерений (автоматический титратор, pH-метр) готовят к работе и проверяют правильность измерений pH в соответствии с руководством по эксплуатации. Проводят градуировку в соответствии с Руководством по эксплуатации с использованием буферных растворов (см. раздел 5).

6.2 Определение коэффициента поправки титранта

6.2.1 Определяют коэффициент поправки титранта с использованием установочных веществ (см. раздел 5). Пробу установочного вещества, взвешенную с погрешностью ± 0,0001 г, растворяют в дистиллированной воде в количестве, достаточном, чтобы измерительная мембрана стеклянного электрода была погружена в раствор, и титруют раствором гидроксида натрия при постоянном перемешивании до точки эквивалентности. Измеряют объем раствора, пошедший на титрование. Измерения проводят не менее трех раз.

Массу пробы установочного вещества подбирают таким образом, чтобы объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, составлял от 40 % до 80 % вместимости бюретки.

Коэффициент поправки K вычисляют для каждого титрования по формуле

$$K = \frac{m \cdot 1000}{M \cdot c \cdot V}, \quad (1)$$

где m — масса навески установочного вещества, г;

M — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль (для янтарной кислоты — 59,04 г/моль, для фталевокислого кислого калия (гидрофталата калия) — 204,22 г/моль);

c — заданная молярная концентрация титранта, моль/дм^3 (c = 0,1 моль/дм^3);

V — объем титранта, израсходованный на титрование, см^3.

Вычисления проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

Находят размах значений, полученных по результатам трех титрований, который не должен превышать 0,004. При выполнении этого условия находят среднеарифметическое полученных значений коэффициента поправки и используют его при вычислениях по формуле (2). Если размах полученных значений превышает 0,004, то находят и устраняют причины нестабильности результатов и заново определяют коэффициент поправки.

Примечание — Допускается определение коэффициента поправки титранта проводить по ГОСТ 25794.1—83 (пункт 2.2).

6.2.2 Титрант защищают от атмосферной двуокиси углерода при помощи поглотительной трубки или специального клапана.

Примечание — Если наличие поглотительной трубки или специального клапана не предусмотрено конструкцией прибора, коэффициент поправки титранта определяют не реже, чем один раз в семь дней.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313. Перед проведением измерений пробу тщательно перемешивают.

7.2 Клетки цитрусовых фруктов перед измерением измельчают с помощью лабораторной мельницы, блендера или другого оборудования до достижения гомогенности.

7.3 Пробы газированной соковой продукции перед измерениями освобождают от растворенного углекислого газа путем встряхивания в течение трех-четырех минут при пониженном давлении.

8 Проведение измерений

8.1 Перед началом проведения измерений проверяют правильность показаний титратора на соответствующих буферных растворах.

В стакане для титрования взвешивают с погрешностью ± 0,01 г такое количество пробы, чтобы на титрование расходовалось от 40 % до 80 % вместимости бюретки. Если масса пробы составляет менее 1 г, взвешивание проводят с погрешностью ± 0,001 г.

В стакан с пробой добавляют дистиллированную воду в количестве, достаточном, чтобы измерительная мембрана стеклянного электрода была погружена в раствор.

8.2 Пробу титруют раствором гидроксида натрия при постоянном перемешивании до достижения pH 8,1 ед. pH с использованием автоматического титратора (метод А) или вручную из бюретки в стакане с перемешиванием магнитной мешалкой (метод Б). Регистрируют объем раствора титранта, пошедшего на титрование.

Примечание — При титровании из бюретки раствор титранта добавляют сначала быстро, пока значение pH не достигнет (7,00 ± 0,05) ед. pH, а затем по каплям, пока значение pH не достигнет (8,10 ± 0,05) ед. pH.

8.3 Измерения проводят не менее двух раз в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

9 Обработка и оформление результатов измерений

9.1 Массовую долю титруемых кислот X, %, в пересчете на преобладающую кислоту, вычисляют по формуле

$$X = 0,1 \cdot \frac{c \cdot V \cdot M \cdot K}{m}, \quad (2)$$

где 0,1 — коэффициент пересчета в проценты;

c — молярная концентрация раствора титранта, моль/дм^3 (c = 0,1 моль/дм^3);

V — объем раствора титранта, пошедший на титрование (см. 8.2), см^3;

M — молярная масса эквивалента, г/моль, равная:

для винной кислоты — M (1/2 $C_4H_6O_6$) = 75,0;

безводной лимонной кислоты — M (1/3 $C_6H_8O_7$) = 64,0;

яблочной кислоты — M (1/2 $C_4H_6O_5$) = 67,0;

K — коэффициент поправки (см. 6.2);

m — масса пробы, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

9.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений $X_{ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если относительное расхождение между ними не превышает предела повторяемости

$$2 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq 0,01 \cdot r_{отн}, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений;

0,01 — коэффициент пересчета от процентов к абсолютным величинам;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицы 1, 2), %.

При невыполнении этого условия получают результаты еще двух параллельных измерений. Окончательный результат устанавливают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

9.3 Относительное расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$

$$2 \cdot \frac{|X_{1ср} - X_{2ср}|}{X_{1ср} + X_{2ср}} \leq 0,01 \cdot CD_{0,95}, \quad (4)$$

где $X_{1ср}$ и $X_{2ср}$ — результаты измерений, полученные в первой и второй лабораториях соответственно, %;

0,01 — коэффициент пересчета от процентов к абсолютным величинам;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности, %.

Значение $CD_{0,95}$ вычисляют с использованием пределов повторяемости ($r_{отн}$, %) и воспроизводимости ($R_{отн}$, %), приведенных в таблицах 1 и 2, по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R_{отн}^2 - r_{отн}^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2 \cdot n_1} - \frac{1}{2 \cdot n_2}\right)} \leq 0,01 \cdot R_{отн}, \quad (5)$$

где n_1 и n_2 — числа параллельных измерений, выполненных в первой и второй лабораториях соответственно.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия рекомендуется провести мероприятия, предусмотренные ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.3.3 и 5.3.4).

9.4 Результаты измерений регистрируют в протоколе измерений согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием метода измерений и настоящей методики измерений.

Если массовая доля титруемых кислот выходит за пределы границ диапазона измерений, то результат измерений выражают как: «Массовая доля титруемых кислот менее 0,1 %» или «Массовая доля титруемых кислот более 35,0 %».

Окончательный результат измерений представляют в виде

$$(X_{ср} \pm \Delta)\ \%,\ P = 0{,}95, \qquad (6)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений;

$\pm\ \Delta$ — границы абсолютной погрешности измерений массовой доли титруемых кислот, вычисленные по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}, \qquad (7)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений при $P = 0{,}95$ (см. таблицы 1, 2), %.

Таблица 1 — Диапазон измерений массовой доли титруемых кислот, значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности измерений для метода А

Диапазон измерений массовой доли титруемых кислот, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения результатов двух параллельных измерений при $P = 0{,}95$) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения результатов измерений, полученных в двух лабораториях при $P = 0{,}95$), $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0{,}95$), $\pm\ \delta$, %
От 0,1 до 0,3 включ. для фруктовых и овощных пюре	11	20	14
От 0,1 до 35,0 включ. для остальных видов соковой продукции	2	9	7
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторных испытаний (межлабораторного эксперимента), проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2 (раздел 5) с участием шести лабораторий.			

Таблица 2 — Диапазон измерений массовой доли титруемых кислот, значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности измерений для метода Б

Диапазон измерений массовой доли титруемых кислот, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения результатов двух параллельных измерений при $P = 0{,}95$), $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения результатов измерений, полученных в двух лабораториях при $P = 0{,}95$), $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0{,}95$), $\pm\ \delta$, %
От 0,1 до 0,3 включ. для фруктовых и овощных пюре	3,0	23,0	16,0
От 0,1 до 35,0 включ. для остальных видов соковой продукции	4,7	13,0	9,0
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторных испытаний (межлабораторного эксперимента), проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (раздел 5) с участием шести лабораторий.			

10 Контроль качества результатов измерений

10.1 Контроль качества результатов измерений осуществляют путем проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости (см. 9.2), путем поверки и калибровки применяемых средств измерений, а также по воспроизводимости результатов измерений (см. 9.3).

10.2 Контроль стабильности результатов измерений осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 6.2.2, 6.2.3), используя методы контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и 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—2009 (пункт 4.2).

11 Требования безопасности

11.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004.

Требования электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с Руководством по эксплуатации соответствующего оборудования.

Остатки проб утилизируют в порядке, установленном в руководстве по качеству в лаборатории.

11.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное образование, опыт работы с оборудованием и владеющие данным методом.

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, титруемая кислотность, метод потенциометрического титрования, автоматический титратор

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 18.11.2019. Подписано в печать 16.12.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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 ıstinfo.ru

gost.e-ecolog.ru