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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 15113.4— 2021

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Гравиметрические методы определения массовой доли влаги

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом технологии консервирования — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИТеК — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2021 г. № 59)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 августа 2021 г. № 677-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 15113.4—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 15113.4—77

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 Отбор и подготовка проб 2
5 Условия проведения измерений 2
6 Метод высушивания в сушильном шкафу до постоянной массы (метод А) 2
7 Метод ускоренного высушивания в сушильном шкафу при температуре 130 °С (метод Б) 5
8 Инфракрасный термогравиметрический метод (метод В) 6
9 Контроль качества результатов определений 7
10 Протокол испытаний 9
11 Контроль качества результатов измерений в лаборатории 9
12 Требования безопасности 9
13 Требования к персоналу 9
Приложение А (справочное) Описание процесса сушки 10
Библиография 11

Поправка к ГОСТ 15113.4—2021 Концентраты пищевые. Гравиметрические методы определения массовой доли влаги

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Гравиметрические методы определения массовой доли влаги

Food concentrates.
Gravimetric methods for determining the mass fraction of moisture

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на концентраты пищевые (концентраты обеденных и сладких блюд, сухие завтраки) и устанавливает следующие гравиметрические методы определения (измерения) массовой доли влаги:

- метод высушивания в сушильном шкафу до постоянной массы (метод А);
- метод ускоренного высушивания в сушильном шкафу при температуре 130 °С (метод Б);
- инфракрасный термогравиметрический метод (метод В).

Метод А является контрольным и применяется при возникновении разногласий в результатах.

Диапазоны измерений массовой доли влаги указанными методами от 1 до 15 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ 12.2.007.9 Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.4.010 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 7031 Песок кварцевый для тонкой керамики

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 15113.0 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 22551 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Технические условия

ГОСТ 23350 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 29027 Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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 по 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 применены термины по ГОСТ 29027, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля влаги:** Потеря массы пробы, определенная в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте, и выраженная в виде массовой доли, %.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 15113.0

Пробы, предназначенные для определения влажности, хранят и транспортируют, защищая от прямого солнечного света и влаги. Непосредственно перед измерением влажности пробы тщательно перемешивают.

При измельчении пробы необходимо принимать меры, исключающие возможное избыточное нагревание, поглощение или потерю влаги в зависимости от влажности окружающего воздуха.

5 Условия проведения измерений

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

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С,
- относительная влажность воздуха — не более 75 %.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не допускается загрязненность воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, рабочее место должно быть защищено от воздушных потоков и вибраций, влияющих на измерение массы.

6 Метод высушивания в сушильном шкафу до постоянной массы (метод А)

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивании продукта в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (105 ± 2) °С в условиях, исключающих деструкцию продукта, определении потери массы и вычислении массовой доли влаги гравиметрическим методом.

[1)] В Российской Федерации действуют ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия», ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, утвержденного типа с ценой поверочного деления *e* не более 1 мг и ценой деления *d* не более 0,1 мг.

Межгосударственный стандартный образец (МСО) или государственный стандартный образец (ГСО) массовой доли влаги в пищевых продуктах по ГОСТ 8.315, утвержденный на территории государства, принявшего стандарт.

Шкаф сушильный лабораторный с принудительной циркуляцией воздуха, с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от 50 °С до 150 °С и погрешностью установки температуры ±2 °С во всем объеме рабочей камеры.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752 или электронные по ГОСТ 23350.

Эксикатор 2-200, 2-230 по ГОСТ 25336 с фарфоровой вставкой по ГОСТ 9147, заполненный эффективным осушителем по технической документации изготовителя (например, силикагелем, с индикатором влажности).

Контейнеры из полимерного материала или стекла, снабженные герметичными крышками, подходящей вместимости, для хранения проб.

Стаканчики для взвешивания стеклянные СН 60/14 ТС или СН 85/15 ТС по ГОСТ 25336 или стаканчики из коррозионно-стойкого металла диаметром не менее 45 мм и высотой не более 30 мм, с плоским дном и плотно прилегающей крышкой.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Песок кварцевый по ГОСТ 7031 или ГОСТ 22551 с размером частиц не более 1,5 мм, подготовленный по 6.3.2

Примечание — Вместо песка с целью сокращения времени на подготовку рекомендуется использовать готовые сорбенты на основе диоксида кремния (SiO_2)[1)].

Палочки из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400, длина палочек должна соответствовать высоте стаканчиков.

Рукавицы тканевые по ГОСТ 12.4.010.

Щипцы тигельные лабораторные типа ЩТ.

Ложка химическая или шпатель из металла или полимерного материала.

Силикагель в гранулах размером 2—5 мм, пропитанный индикатором влажности, с влагопоглощающей способностью не менее 250 г/кг (при 20 °С)[2)].

Смазка вакуумная.

Вода по ГОСТ ISO 3696 не ниже третьей степени чистоты.

Примечание — Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательных устройств с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.3 Подготовка к проведению определений

6.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты (по выбору пользователя)

Соляную кислоту разбавляют водой в соотношении (1:1,5). В коническую колбу вместимостью 2000 $см^3$ вносят мерным цилиндром 750 $см^3$ воды и осторожно приливают 500 $см^3$ концентрированной соляной кислоты.

6.3.2 Подготовка песка (по выбору пользователя)

Песок промывают водой до полного исчезновения мути и получения прозрачного слоя воды над песком. Далее воду сливают и приливают раствор соляной кислоты, приготовленный по 6.3.1, до полного покрытия песка, тщательно перемешивают и оставляют на ночь. Затем сливают раствор соляной кислоты и промывают песок водой до исчезновения кислой реакции (контроль ведут по индикаторной бумаге), после чего снова промывают водой. Воде дают стечь, а песок сушат на воздухе, рассыпав тонким слоем на чистом листе белой бумаги.

[1)] Например, Celit 545 AW, каталожный номер 1026931000 Supelco. Данная информация не является рекламной и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

[2)] Например, каталожный номер 1019691000 Supelco. Данная информация не является рекламной и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Высушенный песок прокаливают в муфельной печи при температуре от (500 ± 25) °С до (600 ± 25) °С в течение 5 ч.

Хранят песок в емкости, плотно закрытой крышкой.

6.3.3 Подготовка стаканчиков

6.3.3.1 При определении влажности с применением песка в стаканчик для взвешивания вносят примерно трех-пятикратное количество песка по отношению к массе пробы продукта и далее поступают, как указано в 6.3.3.2

Примечание — При использовании диатомитовой земли соотношение сорбента и продукта может быть другим.

6.3.3.2 Стаканчик для взвешивания с песком, со стеклянной палочкой и открытой крышкой помещают в сушильный шкаф и сушат 1 ч в режиме, предусмотренном испытанием, помещают в эксикатор, выдерживают перед взвешиванием не менее 45 мин и немедленно определяют их массу с записью результата до 0,001 г.

6.3.4 Подготовка эксикатора

На дно чистого и просушенного эксикатора помещают осушитель, так чтобы он заполнял 1/3 его объема. Края крышки эксикатора смазывают вакуумной смазкой. Крышка должна плотно прилегать к основанию эксикатора.

6.4 Проведение определений

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

6.4.1 Подготовленную пробу продукта массой от (5 ± 0,5) г взвешивают на весах с записью результата до третьего десятичного знака, помещенную в предварительно подготовленный по 6.3.3 стаканчик для взвешивания с крышкой, стеклянной палочкой и песком.

6.4.2 Открытые стаканчики для взвешивания с пробами, крышками, стеклянными палочками помещают в сушильный шкаф, заранее нагретый до температуры (105 ± 2) °С и выдерживают в нем в течение 3 ч.

Примечание — При внесении стаканчиков в шкаф температура в нем понижается за счет разницы температур, поэтому начало отсчета времени высушивания начинают с того момента, как только температура в сушильном шкафу снова достигнет значения (105 ± 2) °С.

6.4.3 По истечении заданного времени высушивания стаканчики для взвешивания с пробами неплотно прикрывают крышками, переносят в эксикатор, выдерживают в нем перед взвешиванием 25—30 мин и затем, плотно закрыв крышками, немедленно определяют их массу с точностью до ±0,0005 г.

6.4.4 Стаканчики с пробами повторно помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч. Повторяют все операции, как указано в 6.4.3. Определение считают законченным, когда разность между массами стаканчиков после дополнительного и предыдущего высушивания не превышает 0,001 г.

Если при повторном высушивании происходит увеличение массы, за окончательный результат принимают массу, полученную при предыдущем взвешивании.

6.5 Обработка результатов определений

6.5.1 Массовую долю влаги X, %, в пробе продукта вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса стаканчика с крышкой, стеклянной палочкой и пробой продукта до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой, стеклянной палочкой и пробой продукта после высушивания, г;

m_0 — масса стаканчика с крышкой, стеклянной палочкой, г.

Все вычисления проводят до третьего десятичного знака.

6.5.2 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 9.1.

6.6 Метрологические характеристики метода

6.6.1 При соблюдении условий, указанных в настоящем стандарте, значение относительной погрешности результатов измерений не должно превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Предел повторяемости, $r_{отн}$, %, при n = 2, P = 0,95	Предел воспроизводимости (относительное расхождение между результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности) $R_{отн}$, %, при n = 1, P = 0,95	Критическая разность (относительное расхождение между окончательными результатами измерений, полученными в двух разных лабораториях) $CD_{0,95, отн}$, %, при $m_1 = m_2$ = 2, P = 0,95	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, при P = 0,95
3,0	3,5	4,0	2,5
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента с участием пяти лабораторий. Показатели качества по настоящему методу могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых лабораторией значений в процессе верификации (внедрения) метода по [1].			

6.6.2 Представление окончательного результата измерений — по разделу 10.

7 Метод ускоренного высушивания в сушильном шкафу при температуре 130 °С (метод Б)

7.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивании продукта в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (130 ± 2) °С в условиях, исключающих деструкцию продукта, определении потери массы и вычислении массовой доли влаги гравиметрическим методом.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы по 6.2.

7.3 Подготовка к проведению определений

Подготовку к проведению определений проводят по 6.3.

7.4 Проведение определений

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.4.1 Подготовленную пробу продукта массой от (5 ± 0,5) г взвешивают на весах с записью результата до третьего десятичного знака, помещенную в предварительно подготовленный по 6.3.3 стаканчик для взвешивания с крышкой, стеклянной палочкой и песком.

7.4.2 Открытые стаканчики для взвешивания с пробами, крышками, стеклянными палочками помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 140—145 °С. Температуру шкафа при установке стаканчиков доводят до 130 °С в течение 10 мин и этот момент считают началом сушки.

Продолжительность сушки составляет:

- 40 мин для молочных концентратов и продуктов детского питания;
- 45 мин для остальных видов концентратов.

7.4.3 По истечении заданного времени высушивания стаканчики для взвешивания с пробами неплотно прикрывают крышками, переносят в эксикатор, выдерживают в нем перед взвешиванием 25—30 мин и затем, плотно закрыв крышками, немедленно определяют их массу с точностью до ±0,005 г.

Повторное взвешивание не проводят.

7.5 Обработка результатов определений

Обработку результатов определений проводят по 6.5.

7.6 Метрологические характеристики метода

7.6.1 При соблюдении условий, указанных в настоящем стандарте, значение относительной погрешности результатов измерений не должно превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Предел повторяемости, $r_{отн}$, %, при n = 2, P = 0,95	Предел воспроизводимости (относительное расхождение между результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности) $R_{отн}$, %, при n = 1, P = 0,95	Критическая разность (относительное расхождение между окончательными результатами измерений, полученными в двух разных лабораториях) $CD_{0,95,\ отн}$, %, при $m_1 = m_2$ = 2, P = 0,95	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, при P = 0,95
6,0	8,0	4,0	5,7

Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента с участием пяти лабораторий.

Показатели качества по настоящему методу могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых лабораторией значений в процессе верификации (внедрения) метода по [1].

7.6.2 Представление окончательного результата измерений — по разделу 10.

8 Инфракрасный термогравиметрический метод (метод В)

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в нагревании пробы продукта под воздействием инфракрасного излучения, в условиях, исключающих деструкцию продукта, и вычислении потери массы с автоматическим взвешиванием пробы в процессе сушки и расчетом результата измерений при помощи влагомера.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Анализатор (влагомер) инфракрасный лабораторный дискретного действия по ГОСТ 29027 утвержденного типа, с нагревателем в керамической, металлической оболочке или галогеновым, с пределом абсолютной погрешности взвешивания ±0,005 г, снабженный программным обеспечением для непрерывной регистрации изменения массы и автоматического расчета результатов измерений.

Чашки алюминиевые круглые в комплекте к анализатору, соответствующие по размерам его рабочей камере.

8.3 Подготовка к проведению определений

Влагомер подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по его эксплуатации.

8.4 Порядок проведения определений

8.4.1 Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8.4.2 При определении массовой доли влаги выполняют следующие основные операции:

- по поверхности чашки влагомера равномерным тонким слоем распределяют подготовленную пробу продукта, ориентируясь по показаниям массы на электронном табло влагомера.

Примечание — Поверхность должна быть ровной, без замятий, борозд и других неровностей, которые могут привести к ухудшению прецизионности измерений.

Если проба распределена по площади чашки неравномерно, то ее распределяют с помощью лопаточки либо встряхивая (в зависимости от консистенции и структуры пробы);

- чашку с пробой помещают в рабочую камеру влагомера и высушивают при температуре, в зависимости от вида продукта, до постоянной массы, устанавливая параметры измерений в соответствии с руководством по эксплуатации влагомера и рекомендациями изготовителя конкретного типа влагомера.

Примечание — Рекомендуется устанавливать критерий остановки (прекращения) измерений, равный 1 мг/50 с, подходящий для большинства случаев.

8.5 Обработка результатов определений

8.5.1 Изменение массы в процессе сушки, математическая обработка и вычисление массовой доли влаги осуществляются влагомером автоматически с выдачей результата определения на электронном табло влагомера.

8.5.2 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 9.1.

8.6 Метрологические характеристики метода

8.6.1 При соблюдении условий, указанных в настоящем стандарте, значения относительной погрешности результатов измерений не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Предел повторяемости, $r_{отн}$, %, при $n = 2$, $P = 0,95$	Предел воспроизводимости (относительное расхождение между результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности) $R_{отн}$, %, при $n = 1$, $P = 0,95$	Критическая разность (относительное расхождение между окончательными результатами измерений, полученными в двух разных лабораториях) $CD_{0,95, отн}$, %, при $m_1 = m_2 = 2$, $P = 0,95$	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$
4,5	5,3	6,0	3,8
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента с участием пяти лабораторий. Показатели качества по настоящему методу могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых лабораторией значений в процессе верификации (внедрения) метода по [1].			

8.6.2 Представление окончательного результата измерений — по разделу 10.

9 Контроль качества результатов определений

9.1 Приемлемость результатов, полученных в условиях повторяемости (в одной лаборатории)

Проводят проверку приемлемости результатов определений массовой доли влаги, полученных в условиях повторяемости (два единичных определения, $n = 2$).

Результаты проверки считают приемлемыми при условии

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

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой доли влаги, %;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости, % (см. таблицы 1—3).

При невыполнении условия (2) получают еще один результат, начиная со взятия навески, и в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений.

9.2 Приемлемость результатов, полученных в условиях воспроизводимости (в одной или в двух лабораториях)

9.2.1 Проводят проверку приемлемости результатов определений массовой доли влаги, полученных в условиях воспроизводимости (два единичных определения, $m = 1$).

9.2.2 Результаты проверки считаются приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot R_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой доли влаги в первой и второй лабораториях соответственно, %;

$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости, % (см. таблицы 1—3).

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если расхождение между результатами превышает предел воспроизводимости, выясняют и устраняют причины плохой воспроизводимости результатов испытаний.

9.3 Приемлемость результатов двух групп измерений, полученных в двух разных лабораториях

9.3.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

9.3.2 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует контрольные пробы, оставленные на хранение.

9.3.3 Вычисляют разность между двумя средними значениями, полученными в двух разных лабораториях и рассчитанными по двум результатам определений, полученным в условиях повторяемости, и сравнивают ее с допускаемой разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot \overline{X}, \quad (4)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — окончательные результаты измерений массовой доли влаги, полученные в первой и второй лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности, % (см. таблицы 1—3);

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли влаги, полученных в первой и второй лабораториях, %.

9.3.4 Если допускаемая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, приводимые двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение.

9.4 Контроль правильности результатов измерений

9.4.1 В качестве средств контроля используют государственные (межгосударственные) стандартные образцы (ГСО) по ГОСТ 8.315, наиболее соответствующие по своим характеристикам и составу испытуемым продуктам[1)].

9.4.2 Контроль погрешности с применением стандартных образцов состоит в сравнении аттестованного значения C, %, приведенного в паспорте на стандартный образец, с окончательным результатом измерения $\overline{X}$, %.

Результат контрольной процедуры $K_к$, %, рассчитывают по формуле

$$K_к = \overline{X} - C, \quad (5)$$

и признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$K_к \le \Delta, \quad (6)$$

где Δ — границы абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги, %, вычисляемые по формуле (8).

[1)] Например, ГСО 10148—2012, ГСО 11144—2018/ГСО 11147—2018, ГСО 11127—2018/ ГСО 11130—2018.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Примечание — Наиболее частой причиной превышения погрешности при измерении массовой доли влаги термогравиметрическим методом являются неверно выбранные параметры режима измерений и несоблюдение процедуры подготовки пробы.

10 Протокол испытаний

Окончательный результат измерений оформляют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ISO/IEC 17025 с указанием настоящего стандарта в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95, \quad (7)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений массовой доли влаги, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги, %, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (8)$$

где δ — значение относительной погрешности (см. таблицы 1—3), %.

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

Если массовая доля влаги выходит за пределы границы диапазона измерений, то приводят следующую запись: «Массовая доля влаги менее 1 % (более 15 %)».

11 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

11.1 Контроль качества результатов измерений осуществляют путем проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости по 9.1, путем поверки и калибровки применяемых средств измерений, а также путем контроля правильности результатов измерений по 9.4.

11.2 Контроль стабильности результатов измерений осуществляют, 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 регламентированы в руководстве по качеству лаборатории и рекомендациях [2].

12 Требования безопасности

При работе в лаборатории необходимо соблюдать требования пожаро-, взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

Требования безопасности к сушильному шкафу, применяемому при испытании, должны соответствовать ГОСТ 12.2.007.9.

Помещение для проведения испытаний должно быть оборудовано вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

13 Требования к персоналу

К выполнению измерений и обработке результатов допускают специалиста, имеющего образование не ниже среднего и опыт работы в химической лаборатории, освоившего методы и прошедшего инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности, изучившего техническую документацию на оборудование.

Приложение А
(справочное)

Описание процесса сушки

Процесс сушки протекает со скоростью, которая зависит от вида испытуемого продукта и механизма перемещения в нем влаги. Зависимость между влажностью продукта ω_i и временем *Т* изображают графически в виде кривой сушки, изображенной на рисунке А.1, которая строится по результатам экспериментальных измерений или отображается на экране при использовании программного обеспечения влагомера.

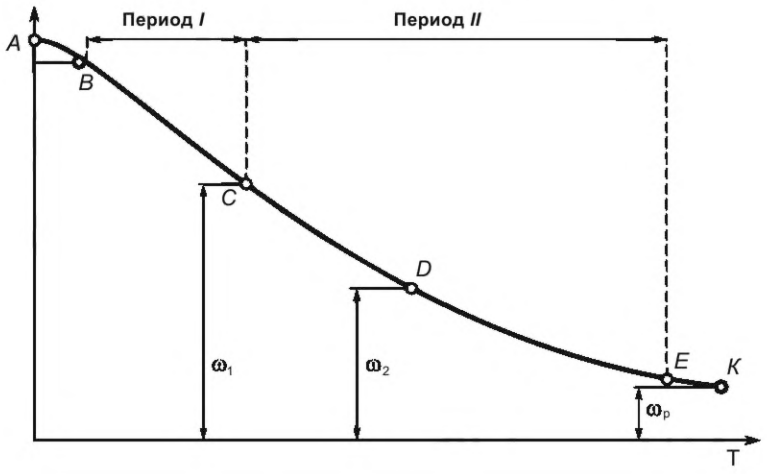


Рисунок А.1

Как видно из рисунка А.1, в общем случае процесс сушки состоит из двух участков, соответствующих различным периодам.

Период *I*

После небольшого промежутка времени, соответствующего подогреву продукта, в течение которого влагосодержание изменяется незначительно (кривая *AB*), наступает период постоянной скорости сушки. В этот период удаляется преимущественно свободная влага, при этом влажность интенсивно уменьшается по прямолинейному закону (отрезок *BC*).

Период *II*

Скорость сушки уменьшается по мере снижения влагосодержания продукта. В этом периоде уменьшение влажности продукта описано кривой (кривая *CE*), которую в общем случае можно разделить на два участка различной кривизны (отрезки *CD* и *DE*). Точка перегиба С соответствует первой критической влажности ω_1, а точка *D* — соответственно второй критической влажности ω_2.

Наконец, удаление влаги прекращается (отрезок *EK*). В этот период удаляется в основном связанная влага, и постепенное снижение скорости сушки зависит от типа продукта, влажность продукта приближается к равновесной влажности $\omega_р$.

Библиография

[1] Р 50.2.060—2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям

[2] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.87.001.4:006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: концентраты пищевые, обеденные блюда, сухие завтраки, влага, гравиметрический метод, определение, массовая доля влаги

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 04.08.2021. Подписано в печать 12.08.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 15113.4—2021 Концентраты пищевые. Гравиметрические методы определения массовой доли влаги

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru