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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34111— 2017

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение содержания азота методом Кьельдаля

(EN 12135:1998, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт технологии консервирования» (ФГБНУ «ВНИИТеК»)

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 5 сентября 2017 г. № 1008-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34111—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта EN 12135:1998 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания азота. Метод Кьельдаля» («Fruit and vegetable juices — Determination of nitrogen content — Kjeldahl method», NEQ)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2018 г.

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 и реактивы 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Условия проведения измерений 3
8 Подготовка к проведению измерений 4
9 Порядок проведения измерений 4
10 Обработка и оформление результатов измерений 5
11 Метрологические характеристики 7
12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 7
13 Контроль качества результатов измерений в лаборатории 8
14 Требования безопасности 8
Библиография 9

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

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение содержания азота методом Кьельдаля

Juice products. Determination of nitrogen content by Kjeldahl method

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, в том числе концентрированные, нектары, сокосодержащие напитки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы (далее — соковая продукция) и устанавливает метод определения (измерения) массовой концентрации (массовой доли) азота.

Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) азота — от 300 до 2000 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Классификация и общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 2173—2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

Издание официальное

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

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

ГОСТ 18300—87** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 25336—82 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—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

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

ГОСТ 33276—2015 Продукция соковая. Методы определения относительной плотности

Примечание — 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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

3.1 **массовая концентрация (массовая доля) азота:** Концентрация ионов аммиака в водном растворе, найденная титриметрическим методом и пересчитанная на молекулярную массу азота, в условиях, установленных в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы соковой продукции в установке для минерализации с концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сульфата аммония, разрушении сульфата аммония в щелочной среде с выделением аммиака, отгонке аммиака водяным паром в раствор борной кислоты с последующим обратным титрованием последнего раствором соляной кислоты и пересчетом на содержание азота.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,005 г и ± 0,01 г.

Секундомер механический или электрический.

Термометр ртутный лабораторный, с ценой деления 1 °С, для измерения температуры в диапазоне от 0 °С до 100 °С.

---

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Комплект оборудования для определения азота по Кьельдалю*, соответствующий требованиям ГОСТ 26889 (раздел 4) и включающий:

- минерализатор блочный (дигестор) из алюминиевого сплава (нержавеющей стали) с гнездами для пробирок и автоматическим регулятором температуры до 450 °С;
- пробирки для сжигания из термостойкого стекла вместимостью 250 $см^3$ соответствующего диаметра;
- штатив и щипцы для пробирок;
- систему вытяжную для отвода кислотных паров из пробирок, подсоединенную к системе их улавливания;
- канистры из полимерных материалов для растворов гидроксида натрия и воды с системой шлангов и фитингов для подключения к блоку дистилляции;
- установку полуавтоматическую или автоматическую, включающую блок дистилляции водяного пара и блок титрования (опционально).

Пипетки с одной меткой 2–2–10, 2–2–50 по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2а–1000–2, 2а–100–2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-3–250–34 по ГОСТ 25336.

Стакан Н-2–1000 по ГОСТ 25336.

Микробюретка номинальной вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

Цилиндр мерный 1–50–1 по ГОСТ 1770.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, х. ч, водный раствор объемной долей 30 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная, стандарт-титр, водный раствор молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч.

Катализатор Кьельдаля, с массовой долей меди 9 %, готовый к применению, в таблетках.

Индикатор метиловый красный, ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Индикатор метиленовый голубой (синий), ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696, не ниже 2-й степени чистоты.

Сахароза кристаллическая, ч. д. а., с массовой долей азота не более $2 \cdot 10^{-3}$ %.

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

6 Отбор и подготовка проб

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

Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до заданного значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствии с [1, приложение 2]. Массовую долю растворимых сухих веществ определяют по ГОСТ ISO 2173 или ГОСТ 33276.

7 Условия проведения измерений

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

- температура окружающего воздуха ..... (25 ± 5) °С;
- атмосферное давление..... (97 ± 10) кПа;
- относительная влажность..... не более 75 %;
- напряжение в питающей сети..... (220 ± 20) В;
- частота тока в питающей сети..... (50 ± 1) Гц.

---

* Например, системы Kjeltec™ фирмы FOSS, Швейцария. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не допускается загрязненность воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать факторы, влияющие на измерения массы и объема.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %

В стакане при постоянном перемешивании медленно растворяют 400 г гидроокиси натрия, взвешенной с точностью до второго десятичного знака, в 600 $см^3$ воды по ГОСТ ISO 3696.

Раствор хранят в герметично закрытой емкости из полимерного материала не более одной недели.

8.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$

Для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в закрытой емкости из полимерного материала не более 6 мес при условии проверки его концентрации не реже одного раза в месяц.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ и установку его точной концентрации (коэффициента поправки) допускается проводить по ГОСТ 25794.1.

8.3 Приготовление раствора смешанного индикатора

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,20 г метилового красного и 0,10 г метиленового голубого (синего), взвешенных с точностью до второго десятичного знака, растворяют в небольшом количестве этилового спирта по ГОСТ 18300. Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 10 дней.

8.4 Приготовление раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/$дм^3$ с индикатором

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 40 г борной кислоты, взвешенной с точностью до второго десятичного знака, в 200 $см^3$ кипящей воды по ГОСТ ISO 3696, охлаждают, добавляют 25 $см^3$ раствора смешанного индикатора, приготовленного по 8.3, доводят полученный раствор до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более двух недель.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Общие указания по проведению измерений — по ГОСТ 26889.

9.2 Подготовку установки для определения азота и дигестора проводят в соответствии с инструкцией (руководством) по их эксплуатации.

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

9.4 Минерализация пробы

9.4.1 Подготовленную пробу соковой продукции объемом от 10 до 20 $см^3$ (массой от 10 до 20 г), взвешенной с записью результата до третьего десятичного знака, помещают поочередно в две пробирки для сжигания, вносят в каждую из них по одной-две таблетки катализатора, добавляют 7—10 $см^3$ пероксида водорода. После прекращения бурной реакции осторожно приливают серную кислоту, перемешивая содержимое пробирки для сжигания легкими круговыми движениями после каждого добавления, добиваясь полного растворения продукта.

Примечание — Необходимое количество концентрированной серной кислоты вычисляют исходя из того, что на каждый 1 г растворимых сухих веществ в пробе требуется 4 см^3 концентрированной серной кислоты.

Пюре, соковую продукцию с объемной долей мякоти более 10 % при необходимости предварительно разбавляют в пробирке для сжигания небольшим количеством воды.

9.4.2 Пробирки для сжигания помещают в гнезда блочного минерализатора (дигестора), устанавливают вытяжную насадку, которую подключают к скрубберу (водяному насосу), и нагревают до температуры 250 °С, не допуская сильного вспенивания содержимого.

9.4.3 После выдерживания в течение 15 мин устанавливают температуру (420 ± 10) °С и продолжают минерализацию до тех пор, пока не произойдет образование прозрачного раствора (минерализата) светло-синего или синевато-зеленого цвета, после чего пробирки с полученным минерализатом охлаждают на воздухе.

Все работы проводят в вытяжном шкафу с принудительной приточно-вытяжной вентиляцией.

9.5 Перегонка

9.5.1 Пробирку с минерализатом (см. 9.4) охлаждают и осторожно добавляют в нее 20 см^3 воды по ГОСТ ISO 3696, тщательно перемешивают круговыми движениями.

9.5.2 В коническую колбу отмеривают мерным цилиндром 30—50 см^3 смеси раствора, приготовленного по 8.4. Устанавливают колбу в установке так, чтобы конец выходной трубки холодильника был погружен в раствор борной кислоты.

9.5.3 Пробирку с минерализатом присоединяют к установке для перегонки, добавляют 50 см^3 раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 8.1, и проводят полный цикл определения так, чтобы за 4—5 мин отгонялось около 100 см^3 дистиллята. Следят, чтобы температура содержимого конической колбы в течение процесса перегонки не превышала 25 °С. Примерно за 30 с до окончания перегонки опускают коническую колбу так, чтобы кончик выходной трубки больше не был погружен в раствор, и ополаскивают конец выходной трубки небольшим количеством воды.

9.6 Титрование

Титруют полученный дистиллят в конической колбе раствором соляной кислоты, приготовленным по 8.2, до тех пор, пока индикатор не приобретет красный или розовый цвет.

Регистрируют значение объема соляной кислоты V, пошедшего на титрование.

9.7 Проверка качества реактивов и воды (холостое определение)

9.7.1 Одновременно с определением азота в соковой продукции проводят его определение для учета поправки на содержание азота в воде и реактивах.

Для этого проводят все операции в соответствии с 9.4—9.6, используя от 1 до 2 г сахарозы вместо пробы соковой продукции.

9.7.2 Холостое определение проводят каждый раз после замены партий реактивов, при этом на титрование должно расходоваться не более одной-двух капель раствора соляной кислоты.

Результат измерения объема раствора соляной кислоты V_0, израсходованного на титрование в холостом определении, учитывают при вычислении по разделу 10.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Массовую концентрацию азота в соковой продукции, осветленной или с объемной долей мякоти до 10 % включительно, C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{1{,}4 \cdot (V - V_0) \cdot K \cdot 1000}{V_1}, \quad (1)$$

где 1,4 — масса азота, эквивалентная 1 см^3 соляной кислоты, концентрацией точно 0,1 моль/дм^3, мг/см^3;

V — объем раствора соляной кислоты, концентрации точно 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование (см. 9.6), см^3;

V_0 — объем раствора соляной кислоты, концентрации точно 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование в холостом определении (см. 9.7), см^3;

K — коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

1000 — коэффициент пересчета $см^3$ в $дм^3$;

V_1 — объем пробы соковой продукции, $см^3$.

10.2 Массовую долю азота в соковой продукции, не осветленной или с объемной долей мякоти более 10 %, X, $млн^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{1{,}4 \cdot (V - V_0) \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (2)$$

где m — масса пробы соковой продукции, г.

Все вычисления проводят до третьего десятичного знака.

10.3 За окончательный результат измерений массовой концентрации (массовой доли) азота принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает допускаемого расхождения

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{C} \text{ или } |X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (3)$$

где C_1, C_2 — результаты параллельных измерений массовой концентрации азота, вычисленные по формуле (1), $мг/дм^3$;

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

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой концентрации азота, $мг/дм^3$;

X_1, X_2 — результаты параллельных измерений массовой доли азота, вычисленные по формуле (2), $млн^{-1}$;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли азота, $млн^{-1}$.

При невыполнении условия (3) получают еще один результат измерений и в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных измерений в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6 (пункты 5.3.3, 5.3.4).

10.4 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием настоящего стандарта в виде

$$\overline{C} \pm \Delta \text{ или } \overline{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой концентрации азота, $мг/дм^3$, признанных приемлемыми по 10.3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли азота, $млн^{-1}$, признанных приемлемыми по 10.3;

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения массовой концентрации (массовой доли) общего азота, $мг/дм^3$ ($млн^{-1}$), вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ или } \Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (4)$$

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

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 концентрация (массовая доля) азота выходит за пределы границы диапазона измерений, то приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация азота менее 300 мг/дм^3 (более 2000 мг/дм^3)» или «Массовая доля азота менее 300 млн$^{-1}$ (более 2000 млн$^{-1}$)».

10.5 В протоколе испытаний указывают:

- всю информацию, необходимую для идентификации пробы;
- результаты испытаний, полученные в соответствии с настоящим стандартом;
- значение массовой доли растворимых сухих веществ или относительной плотности для концентрированной соковой продукции.

11 Метрологические характеристики

При соблюдении условий, указанных в настоящем стандарте, значения относительной погрешности результатов измерений не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Значение показателя
Предел повторяемости (относительное расхождение между результатами двух параллельных измерений) $r_{отн}$, %, при n = 2, P = 0,95	3,0
Предел воспроизводимости (относительное расхождение между результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$, %, при $m_1 = m_2$ = 1, P = 0,95	8,3
Критический диапазон (относительное расхождение между тремя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95отн}$, %, при n = 3, P = 0,95	3,6
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	9,0
Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %, при P = 0,95	6,0

12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

12.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

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

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с допускаемой разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|\overline{C}_1 - \overline{C}_2| \le 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot \overline{\overline{C}} \text{ или } |\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot \overline{\overline{X}}, \quad (5)$$

где $\overline{C}_1$, $\overline{C}_2$ — окончательные результаты измерений массовой концентрации азота, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

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

$\overline{\overline{C}}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой концентрации азота, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — окончательные результаты измерений массовой доли азота, полученные в первой и второй лабораториях, млн$^{-1}$;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли азота, полученных в первой и второй лабораториях, млн$^{-1}$.

Если допускаемая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если допускаемая разность превышена, то выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6 (пункт 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ ISO 5725-6 (пункт 5.3.4).

13 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений осуществляют по ГОСТ ISO 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).

14 Требования безопасности

14.1 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 при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с требованиями, изложенными в инструкциях по эксплуатации оборудования.

Лаборатория должна быть оснащена приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

14.2 Требования к квалификации персонала

К проведению измерений, обработке и оформлению результатов измерений допускаются специалисты, имеющие необходимое образование, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории, изучившие руководство по эксплуатации оборудования и освоившие настоящий метод.

Библиография

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

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: продукция соковая, массовая концентрация, массовая доля, азот, метод Кьельдаля, перегонка, титрование

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 12.07.2018. Подписано в печать 30.07.2018. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 10 экз. Зак. 782.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru