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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33977— 2016

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения общего содержания сухих веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

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, 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 25 октября 2016 г. № 92-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
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2017 г. № 203-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33977—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 28561—90 в части термогравиметрического метода

*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, 2017

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 Термогравиметрический метод (метод А) 3
6 Ускоренный инфракрасный термогравиметрический метод (метод Б) 6
7 Контроль качества результатов измерений 7
8 Требования безопасности 7
Приложение А (рекомендуемое) Подготовка хлористого кальция 8
Приложение Б (справочное) Режимы испытаний и ориентировочное время сушки до постоянной массы (метод А) 9
Приложение В (справочное) Значения поправочного коэффициента, принимаемые при вычислении массовой доли общего содержания сухих веществ или влаги в методах А и Б 10

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

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения общего содержания сухих веществ

Fruit and vegetable products.
Methods for determination of total solid content

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки фруктов и овощей, в том числе на соковую продукцию из фруктов и овощей (далее — продукты) и устанавливает следующие методы определения общего содержания сухих веществ:

- термогравиметрический метод, основанный на высушивании пробы при определенной температуре до постоянной массы или в течение фиксированного времени (метод А)*;
- ускоренный инфракрасный термогравиметрический метод (метод Б).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002*4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2—2003*5 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

* Метод А является основным и применяют при возникновении разногласий.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

***В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7031—75 Песок кварцевый для тонкой керамики

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

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

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 22551—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Технические условия

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

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

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

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:

термогравиметрический анализ (ТГ): Метод термического анализа, при котором регистрируется изменение массы пробы в зависимости от изменения температуры пробы.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 26313, подготовку лабораторной пробы — по ГОСТ 26671 со следующими дополнениями:

- продукты твердой консистенции измельчают на гомогенизаторе или с помощью другого подходящего оборудования так, чтобы размеры частиц продукта не превышали 1,5 мм;
- пюреобразные продукты, измельченные до частиц размером менее 1 мм, перемешивают. Недостаточно измельченные продукты гомогенизируют с помощью гомогенизатора или с помощью другого подходящего оборудования;
- сухие продукты измельчают с помощью мельницы на гомогенизаторе или с помощью другого подходящего оборудования, не допуская излишнего контакта продукта с воздухом.

При работе с ситами режим размалывания подбирают на отдельной порции лабораторной пробы так, чтобы в подготовленной пробе сходы с сит № 1, 05 и 025, и проход через сито № 025 составляли примерно по 25 % от общей массы. Допускается использовать для анализа только мелкую фракцию продукта, если предварительно установлена ее идентичность результатам, полученным при анализе средней пробы, состоящей из всех фракций.

Сразу же после измельчения пробу помещают в подходящий плотно закрывающийся контейнер, занимая ею не менее 2/3 его объема.

При измельчении пробы необходимо избегать любого ее контакта с теплом: повышение температуры окружающей среды приводит к потере влаги.

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

5 Термогравиметрический метод (метод А)

5.1 Сущность метода

Метод состоит в высушивании разрыхленной или распределенной по поглощающей влагу поверхности пробы продукта при повышенной температуре и атмосферном или пониженном давлении до постоянной массы или в течение заданного времени, и вычислении массовой доли сухих веществ или влаги.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с наибольшим пределом взвешивания от 200 до 220 г (включительно) и с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с наибольшим пределом взвешивания от 200 до 220 г (включительно) и с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,02 мг.

Шкаф сушильный вакуумный, обеспечивающий остаточное давление 1,3 кПа или шкаф сушильный лабораторный с естественной или принудительной вентиляцией, с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от 50 °С до 110 °С с погрешностью установки температуры ± 2 °С. Конструкция шкафа должна обеспечивать разность температур между двумя любыми точками в объеме рабочей камеры не более 1 °С.

Баня водяная, оснащенная терморегулятором для поддержания и контроля температуры в диапазоне от 25 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Эксикатор по ГОСТ 25336 исполнения 2 с фарфоровой вставкой по ГОСТ 9147, заполненный кальцием хлористым безводным по ГОСТ 450 или магнием хлорнокислым безводным.

Примечания

1 Допускается использовать хлористый кальций, подготовленный по приложению А.

2. Допускается применять другие осушающие агенты (силикагель, концентрированную серную кислоту и др.).

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

Сита с сетками по ГОСТ 6613, номера: 2,5; 1; 063; 05; 025.

Гомогенизатор лабораторный или размельчитель (герметичная мельница, кофемолка) или другое аналогичное оборудование.

Непроницаемые для влаги и воздуха контейнеры из полимерного материала или стекла, снабженные герметичными крышками, подходящей вместимости.

Стаканчики для взвешивания стеклянные СН 60/14 ТС или СН 85/15 ТС по ГОСТ 25336 или другие из платины, никеля, алюминия, диаметром не менее 45 мм и высотой не более 30 мм, с плоским дном и плотно прилегающей крышкой. Перед использованием проверяют герметичность стаканчиков по 5.3.3.

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

Примечание — Допускается использовать другие виды сорбентов на основе диоксида кремния (SiO_2) с аналогичными характеристиками*.

Обеззоленные или стекловолоконные фильтры подходящего диаметра.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ректификованный по ГОСТ 5962.

Кальций хлористый безводный по ГОСТ 450.

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

Бумага индикаторная универсальная.

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

5.3 Подготовка к проведению измерений

5.3.1 Пустые стаканчики или стаканчики с песком или фильтрами высушивают в сушильном шкафу вместе с палочками и крышками при температуре от 100 °С до 110 °С в течение 1 ч, охлаждают не менее 20 мин в эксикаторе и взвешивают.

Примечание — Стаканчики должны быть предварительно проверены на герметичность по 5.3.3.

* Например, диатомитовая земля (кизельгур) марки «Celit 545». Данная информация не является рекламной и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

5.3.2 Условия проведения измерений

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

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха ..... не более 80 % (при температуре 25 °С);
- напряжение в питающей сети ..... (220 ± 22) В;
- частота переменного тока в питающей сети ..... (50 ± 1) Гц.

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

5.3.3 Проверка герметичности стаканчиков

В стаканчик помещают от 4,0 до 5,0 г обеззоленного фильтра или от 10 до 12 г песка, взвешенных с погрешностью ± 0,0020 г, высушивают до постоянной массы при температуре (103 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе в течение 20 мин, вынимают из эксикатора и оставляют на воздухе с закрытой крышкой на 30 мин, после чего снова взвешивают. Стаканчик признают пригодным, если масса фильтра или песка при втором взвешивании не превышает исходное значение более, чем на 0,0020 г.

5.4 Проведение измерений

5.4.1 Проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14), для чего из лабораторной пробы продукта отбирают по две пробы массой 5,000 г, взвешенные с погрешностью ± 0,001 г.

5.4.2 При анализе продуктов, лабораторная проба которых представляет собой жидкую или пюреобразную массу, параллельные пробы отбирают в стаканчик с фильтрами и равномерно распределяют продукт по бумаге.

При анализе продуктов, лабораторная проба которых представляет собой густую или порошкообразную массу, параллельные пробы отбирают в стаканчик с кварцевым песком и перемешивают. При анализе порошкообразных продуктов, не образующих комков при сушке, кварцевый песок не используют.

При анализе продуктов, лабораторная проба которых представляет собой вязкую массу, параллельные пробы отбирают в стаканчик с кварцевым песком, добавляют от 7 до 8 $см^3$ этилового спирта, содержимое перемешивают, стаканчик помещают на водяную баню и выпаривают спирт до исчезновения его запаха.

Примечание — При определении влажности с применением песка в стаканчики вносят примерно четырех-шести кратное количество песка по отношению к массе пробы продукта и далее следуют в соответствии с 5.3.1.

5.4.3 При анализе продуктов, лабораторная проба которых представляет собой жидкий продукт, 5,000 г пробы помещают во взвешенный стаканчик, выпаривают на водяной бане и сушат 3 ч при температуре (100 ± 2) °С, затем охлаждают в эксикаторе 30 мин и взвешивают.

5.4.4 Сушильный шкаф выводят на заданный температурный режим (см. приложения Б, В) и ставят в него стаканчики с пробами, размещая их в рабочей зоне камеры, где температура отличается от регистрируемой не более чем на 0,5 °С. При использовании вакуумного шкафа устанавливают заданное давление в шкафу: рекомендуется в течение первых 1—3 ч сушки поддерживать давление в шкафу от 10 до 13 кПа, а затем — не выше 3 кПа.

Примечание — При внесении в шкаф стаканчиков с пробами температура в нем незначительно понижается, поэтому отсчет времени проводят с того момента, когда температура снова достигнет заданного значения.

5.4.5 Высушивание до постоянной массы

Стаканчики с продуктом выдерживают в сушильном шкафу в течение времени, равного приблизительно 70 % полного времени сушки (см. приложение Б), после чего стаканчики извлекают из шкафа, быстро закрывают крышками, охлаждают не менее 20 мин в эксикаторе и взвешивают. Продолжают высушивание проб в заданном режиме, проводя контрольные взвешивания через промежутки времени, равные 10 % полного времени сушки. Определяют изменение массы пробы в течение каждого из этих периодов сушки и прекращают анализ, если изменение массы оказывается меньше 0,0020 г.

Примечание — Допускается перерыв в проведении высушивания не более чем на 48 ч при условии хранения закрытых крышками стаканчиков с пробами в эксикаторе.

5.4.6 Высушивание до достижения заданного времени сушки при заданной температуре

Стаканчики с пробами выдерживают непрерывно в сушильном шкафу заданное время, отсчитываемое с момента загрузки в шкаф (см. приложение Б). По окончании времени высушивания стаканчики с пробами неплотно прикрывают крышками, помещают в эксикатор на 30 мин, а затем, плотно закрыв бюксы крышками, взвешивают.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Массовую долю сухих веществ в продукте X, %, вычисляют по формуле

$$X = 100 \cdot \left(1 - \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \cdot K\right), \quad (1)$$

где m_1 — масса стаканчика с крышкой, палочкой и песком или фильтровальной бумагой (или без них) и пробой до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой, палочкой, песком или фильтровальной бумагой (или без них) и пробой после высушивания, г;

m_3 — масса стаканчика с крышкой, палочкой, песком или фильтровальной бумагой (или без них), г;

K — поправочный коэффициент (см. приложение В).

Массовую долю влаги в продукте $X_{вл}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{вл} = 100 - X. \quad (2)$$

5.5.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости

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

где X_1, X_2 — результаты двух параллельных измерений массовой доли сухих веществ или влаги, %;

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

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений X_1 и X_2, %.

Результат округляют до первого десятичного знака.

При невыполнении этого условия находят и устраняют причины нестабильности, после чего измерения повторяют с новыми пробами.

5.5.3 Расхождение между результатами двух измерений на идентичных пробах в разных лабораториях при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать предела воспроизводимости R

$$|X_{1лаб} - X_{2лаб}| \le R_{отн} \cdot \overline{X}_{лаб}, \quad (4)$$

где $X_{1лаб}$, $X_{2лаб}$ — результаты измерений в двух разных лабораториях массовой доли сухих веществ или влаги, %;

$R_{отн}$ — предел воспроизводимости (см. таблицу 1), %;

$\overline{X}_{лаб}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$, %.

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

Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2).

Таблица 1 — Основные метрологические характеристики термогравиметрического метода (метод А)

Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости (допускаемое относительное расхождение результатов двух параллельных измерений при $P = 0{,}95$) $r_{отн}$	Предел воспроизводимости (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях при $P = 0{,}95$) $R_{отн}$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при $P = 0{,}95$) $\pm \delta_c$	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0{,}95$) $\pm \delta$
От 0,2 до 10,0 включ.	4,0	8,0	1,0	6,0
Св. 10	3,0	4,0	0,5	3,0
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2 (раздел 5) с участием четырех лабораторий.				

5.6 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025, при этом протокол испытаний должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт с указанием метода измерений;
- информацию, необходимую для идентификации анализируемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для анализа;
- дату проведения анализа;
- результаты измерений;
- окончательный результат измерений с указанием погрешности измерений и вероятности;
- подробное описание любых отклонений от метода настоящего стандарта и всех факторов, которые могли повлиять на результат.

6 Ускоренный инфракрасный термогравиметрический метод (метод Б)

6.1 Сущность метода

Ускоренный инфракрасный термогравиметрический метод основан на измерении массы пробы продукта до и после его высушивания при повышенной температуре за счет нагрева поверхности продукта в результате поглощения инфракрасного излучения и вычислении массовой доли сухих веществ или удаленной влаги.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование

6.2.1 Анализатор термогравиметрический инфракрасный с диапазоном измерений массовой доли влаги от 0,5 % до 80 %, задаваемых температур сушки от 50 °С до 180 °С и пределом абсолютной погрешности взвешивания ± 0,005 г, снабженный программным обеспечением для непрерывной регистрации изменения массы и автоматического расчета результатов измерений.

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

Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, с метрологическими и техническими характеристиками не уступающих указанным.

6.3 Условия проведения измерений — по 5.3.2.

6.4 Подготовка анализатора к работе

Включение и настройку анализатора, выбор режима работы и вывод его на рабочий режим, а также выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.5 Порядок проведения измерений

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

6.5.2 Лабораторную пробу однородной консистенции (см. раздел 3) массой от 2 до 5 г распределяют равномерным тонким слоем по поверхности кюветы. Поверхность кюветы должна быть ровной, без замятий, борозд и других неровностей, которые могут привести к ухудшению прецизионности измерений.

Если проба распределена по площади кюветы неравномерно, то ее распределяют ребром лопаточки либо встряхивая (в зависимости от консистенции и структуры пробы).

В случае жидких или очень вязких проб рекомендуется использовать специальные стекловолоконные фильтры или предварительно высушенные обеззоленные фильтры диаметром 90 мм, которые следует располагать под или над пробой для увеличения площади поверхности или обеспечения защищенности поверхности пробы от перегрева и образования корки (пленки).

Кювету с пробой помещают в рабочую камеру анализатора и высушивают при температуре (120 ± 5) °С до постоянной массы, устанавливая параметры измерений в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора и рекомендациями изготовителя.

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

6.6 Обработка результатов измерений

6.6.1 Результат единичного измерения массовой доли общего содержания сухих веществ в пробе X, % и массовой доли влаги $X_{вл}$, %, вычисляется автоматически и выводится на индикатор (дисплей) анализатора.

6.6.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений по 5.5.2 с учетом значений предела повторяемости, приведенных в таблице 2.

6.6.3 Проверка приемлемости результатов, полученных в разных лабораториях — по 5.5.3 с учетом значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Основные метрологические характеристики инфракрасного термогравиметрического метода (метод Б)

Диапазон измерений массовой доли сухих веществ, %	Предел повторяемости (допускаемое относительное расхождение результатов двух измерений при $P = 0,95$) $r_{отн}$	Предел воспроизводимости (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях при $P = 0,95$) $R_{отн}$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta_c$	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$
От 0,2 до 10,0 включ.	7,0	14,0	3,0	10,0
Св. 10	3,0	5,5	1,0	4,0
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2 (раздел 5), с участием четырех лабораторий.				

6.7 Оформление результатов измерений — по 5.6.

7 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений предусматривает контроль стабильности в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2) с учетом числовых значений, приведенных в таблицах 1, 2 в зависимости от применяемого метода.

Контроль погрешности результатов измерений влаги инфракрасным термогравиметрическим методом выполняют с использованием в качестве сравнения метода А с проверкой линейности для выбранного диапазона.

8 Требования безопасности

8.1 Условия безопасного проведения работ

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

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

8.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются химики и лаборанты, имеющие соответствующее образование, опыт работы с данным оборудованием и знакомые с настоящим методом.

Приложение А
(рекомендуемое)

Подготовка хлористого кальция

Наряду с безводным хлористым кальцием по ГОСТ 450 допускается использование кристаллогидратов и регенерация использованного хлористого кальция.

Хлористый кальций обезвоживают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С или на электроплитке, постепенно увеличивая температуру. Реактив насыпают слоем не толще 1—2 см и постепенно подогревают. Кристаллы соли плавятся с выделением кристаллизационной воды, которая постепенно испаряется. Пар, прорываясь через слой кристаллов соли, вызывает ее распыление, поэтому реактив не рекомендуется насыпать толстым слоем. Когда вся вода испарится, прокаливание продолжают еще один-два часа, затем разбивают спекшуюся соль на более мелкие куски и еще теплой помещают в заранее подготовленную сухую емкость. Емкость должна закрываться герметически, чтобы в нее не проникал воздух.

Приложение Б
(справочное)

Режимы испытаний и ориентировочное время сушки до постоянной массы (метод А)

Б.1 Режимы испытаний и ориентировочное время сушки до постоянной массы приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Применяемое оборудование	Режим испытаний (температура, давление)	Виды продукции	Ориентировочное время сушки, ч
Вакуумный шкаф с естественной вентиляцией	70 °С, 3 кПа	Сушеные овощи и фрукты	5,0—10,0
		Фруктовые и овощные концентраты в порошкообразном виде	1,0
	88 °С, 3 кПа	Сушеные лук, чеснок, капуста, зелень	8,0—9,0
	98 °С, 3 кПа	Сушеные овощи и фрукты	2,0—9,0
Вакуумный шкаф с принудительной вентиляцией	70 °С, 3 кПа	Сушеные овощи и фрукты	1,0—5,0
Сушильный шкаф с естественной вентиляцией при атмосферном давлении	98 °С — 105 °С	Сушеные овощи и фрукты	3,0—6,5
	105 °С	Консервы, быстрозамороженные фрукты и овощи	2,0—5,0
	102 °С	Соки, нектары, морсы, сокосодержащие напитки, безалкогольные напитки, жидкие экстракты	3,0—5,0
Сушильный шкаф с принудительной вентиляцией при атмосферном давлении	98 °С — 105 °С	Сушеные овощи и фрукты	2,0—4,0
	105 °С	Консервы, быстрозамороженные фрукты и овощи	2,0—4,0
	102 °С	Соки, нектары, морсы, сокосодержащие напитки, безалкогольные напитки, жидкие экстракты	2,0—3,5

Приложение В
(справочное)

Значения поправочного коэффициента, принимаемые при вычислении массовой доли общего содержания сухих веществ или влаги в методах А и Б

В.1 Значения поправочного коэффициента *К*, учитывающего неполное извлечение влаги из продукта или потерю имевшихся или образовавшихся в продукте летучих соединений (кроме влаги), приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Метод испытаний	Режим испытаний	Наименование продукта	Значения поправочного коэффициента *К*
Высушивание до постоянной массы в сушильном шкафу с естественной вентиляцией при атмосферном давлении	105 °С	Консервы, продукты для детского питания (пюре), быстрозамороженные и обжаренные продукты питания из картофеля, быстрозамороженные фрукты и овощи	1,00
		Сухие продукты питания из картофеля, сушеные фрукты и овощи	0,95
	98 °С — 105 °С	Сушеные фрукты и овощи	1,00
Высушивание до постоянной массы в вакуумном шкафу	70 °С, 3 кПа	Сушеные фрукты и овощи	0,95

УДК 664.8:664.9:006.354 МКС 67.080.01 Р09 IDT

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, соковая продукция, определение общего содержания сухих веществ, термогравиметрический метод, ускоренный инфракрасный термогравиметрический метод, массовая доля сухих веществ, массовая доля влаги

Редактор *Л.Л. Штендель*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 31.02.2017. Подписано в печать 24.04.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 46 экз. Зак. 595.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru