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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33946— 2016

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Гравиметрический метод определения массовой доли золы

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 Федеральным бюджетным государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт технологии консервирования» (ФБГНУ «ВНИИТеК»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2016 г. № 91-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 февраля 2017 г. № 34-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33946—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Поправка к ГОСТ 33946—2016 Продукция соковая. Гравиметрический метод определения массовой доли золы

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 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

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Гравиметрический метод определения массовой доли золы

Juice products.
Gravimetric method for determination of ash mass fraction

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки (далее — соковая продукция) и устанавливает гравиметрический метод определения (измерения) массовой доли золы.

Диапазон измерений массовой доли золы от 0,1 % до 1,5 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 33276 Продукция соковая. Методы определения относительной плотности

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

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

ГОСТ ISO 3696—2013[1)] Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и измерения

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

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[1] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009[2] 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 о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **зола:** Остаток минеральных веществ, полученный в результате полного сжигания органической части навески соковой продукции при температуре (525 ± 25) °С в условиях, установленных настоящим стандартом.

4 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли золы путем взвешивания остатка, полученного после разложения органических веществ пробы соковой продукции в муфельной печи при температуре (525 ± 25) °С.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,02 мг.

Баня водяная лабораторная или лампа инфракрасная, обеспечивающие поддержание заданной температуры с погрешностью ± 5 °С.

Электропечь сопротивления муфельная, с диапазоном нагрева от 150 °С до 700 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры с погрешностью ± 25 °С.

Шкаф сушильный электрический с диапазоном нагрева от 40 °С до 150 °С, обеспечивающий поддержание заданной температуры с погрешностью ± 5 °С.

Тигли фарфоровые высокие или низкие по ГОСТ 9147 или кварцевые вместимостью 25 $см^3$.

Подставки для тиглей.

Щипцы тигельные.

Эксикатор 2—230 или 2—290 по ГОСТ 25336, заполненный силикагелем или другим осушителем.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, х. ч, с массовой долей нелетучего остатка не более $1 \cdot 10^{-3}$ %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

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

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

6 Отбор и подготовка проб

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

Определение золы в осветленной соковой продукции и соковой продукции с мякотью до 10 % включительно проводят без разбавления.

---

[1] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

[2] Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

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.

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

Тигли промывают горячей водой, кипятят 10 мин в концентрированной соляной кислоте, промывают водопроводной водой и тщательно ополаскивают водой по ГОСТ ISO 3696 несколько раз, сушат в сушильном шкафу, после чего прокаливают в муфельной печи при температуре (525 ± 25) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г (m).

9 Проведение измерений

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

9.2 Пробу соковой продукции массой 25 г (m_1), взвешенной с точностью до 0,001 г, вносят в подготовленный по разделу 8 тигель и упаривают досуха на водяной бане при температуре (100 ± 1) °С или под инфракрасной лампой до испарения влаги, не допуская бурного кипения или разбрызгивания содержимого.

Примечание — Для обеспечения нагрева может быть использовано другое оборудование, гарантирующее отсутствие потерь неорганических веществ.

9.3 Тигель с остатком переносят щипцами в муфельную печь и проводят озоление при температуре (525 ± 25) °С до тех пор, пока не будут удалены полностью органические вещества и зола в тигле не приобретет белый или серый цвет. Повышение температуры осуществляют постепенно.

Примечание — Для ускорения разложения органических веществ золу смачивают осторожным добавлением по каплям 1—2 см^3 концентрированной перекиси водорода, снова упаривают и озоляют в муфельной печи. При необходимости эту операцию повторяют несколько раз, пока зола не приобретет белый или слегка сероватый оттенок.

Тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают его (m_2) с точностью до 0,001 г. Снова прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин, охлаждают и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Данные операции повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,001 г.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Массовую долю золы в соковой продукции X, %, вычисляют по формуле

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

где m_2 — масса тигля с золой после минерализации пробы (см. 9.3), г;

m — масса пустого тигля, г;

m_1 — масса пробы соковой продукции (см. 9.2) г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Все вычисления проводят до третьего десятичного знака.

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

$$|X_1 - X_2| \le 0,001 \cdot r_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений массовой доли золы, вычисленные по формуле (1), %;

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

В случае невыполнении условия (2) получают еще два результата параллельных измерений и в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.3.3, 5.3.4).

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

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли золы, %, признанных приемлемыми по 10.2;

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

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (3)$$

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 доля золы выходит за пределы границы диапазона измерений, то приводят следующую запись в журнале: «Массовая доля золы менее 0,1 %» или «Массовая доля золы более 1,5 %».

10.4 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 разделе 7, 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 $n = 2$, $P = 0,95$	1,5
Предел воспроизводимости (относительное расхождение между результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$, %, при $n_1 = n_2 = 1$, $P = 0,95$	2,5
Критический диапазон (относительное расхождение между четырьмя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95,отн}$, %, при $n = 4$, $P = 0,95$	1,8
Критическая разность (относительное расхождение между окончательными результатами измерений, полученными в двух разных лабораториях) $CD_{0,95,отн}$, %, при $n_1 = n_2 = 2$, $P = 0,95$	2,3
Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$	1,8

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 критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

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

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

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

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли золы (см. 10.2), полученных в первой и второй лабораториях, %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.4).

13 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

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 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—2009 (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.

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

14.2 Требования к квалификации персонала

К проведению измерений, обработке и оформлению результатов измерений допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие среднее специальное образование, опыт работы с данным оборудованием, освоившие настоящий метод и прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории.

Библиография

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

УДК 664.863.001.4:006.35 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, массовая доля, зола

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Л.В. Софейчук*

Сдано в набор 06.11.2019. Подписано в печать 21.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,27.

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru