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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
8756.9—
2016**

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения осадка

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(Поправка).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2016 г. № 1061-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8756.9—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8756.9—78

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 7—2019)

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, 2016, 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 Отбор и подготовка проб 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Условия проведения измерений 3
7 Проведение измерений 3
8 Обработка и оформление результатов измерений 3
9 Контроль качества результатов измерений 4
10 Требования безопасности 5
Библиография 6

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

Метод определения осадка

Fruit and vegetable products. Method for determining residue quantity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки фруктов и овощей, в том числе на соковую продукцию, компоты, экстракты (далее — продукты) и устанавливает метод определения массовой доли осадка.

Диапазон измерений массовой доли осадка от 0,2 % до 10,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 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

---

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

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

*** Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

Издание официальное

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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) 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 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313.

Подготовка лабораторных проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до уровня содержания растворимых сухих веществ, указанных в [1] для каждого вида восстановленного сока (пюре).

4 Сущность метода

Метод основан на отделении осадка от продукта центрифугированием с предварительным нагревом продукта на водяной бане и определении массовой доли выделившегося осадка гравиметрическим методом.

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

При проведении измерений используют следующие материалы и оборудование.

Весы с наибольшим пределом взвешивания 220 г и пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,02 мг.

Центрифуга лабораторная, с фактором разделения не менее 1500 g и ротором с адаптерами для пробирок соответствующей вместимости.

Баня водяная, оснащенная терморегулятором, обеспечивающая поддержание температурного режима 85 °С—90 °С, с погрешностью ±2 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Секундомер, таймер или часы электронные.

Термометр жидкостной по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления ±1,0 °С.

Пробирки стеклянные для центрифугирования вместимостью 10 или 25 $см^3$ типа П3 по ГОСТ 25336 или пробирки центрифужные вместимостью 10, 15 или 25 $см^3$ из полимерных материалов.

Пипетки вместимостью 20 и 25 $см^3$ с одной отметкой, 2-го класса точности, любого исполнения по ГОСТ 29169.

Колбы конические или круглодонные любых исполнений вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

6 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;
- влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- 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 измерения.

7 Проведение измерений

7.1 Сухие центрифужные пробирки взвешивают с погрешностью ±0,0001 г.

7.2 Из лабораторной пробы продукта после ее перемешивания, не давая осесть осадку, в стеклянный стакан или колбу наливают около 150 см^3 продукта.

7.3 Из подготовленной по 7.2 пробы, перемешивая, отбирают пипеткой аликвоты по 15 или по 25 см^3 в каждую из четырех центрифужных пробирок, а затем пробирки с анализируемым продуктом взвешивают с точностью до 0,0001 г (m_1, г).

Пробирки помещают в водяную баню, нагревают до 85 °С—90 °С и выдерживают при этой температуре 3 мин. Затем пробирки с продуктом переносят в центрифугу и центрифугируют с фактором разделения не менее 1500 g в течение 20 мин. По истечении времени пробирки вынимают, осторожно сливают супернатант, ставят пробирки вверх дном на фильтровальную бумагу для стекания остатков жидкости. Через 10 мин следы жидкости, сохранившиеся на стенках пробирки, осторожно, не нарушая осадка, удаляют полосками фильтровальной бумаги. Пробирки с осадком взвешивают с точностью до 0,0001 г (m_2, г).

7.4 При использовании центрифужных пробирок вместимостью 10 см^3 осадок получают в два этапа: вначале в каждую пробирку помещают по 10 см^3 анализируемого продукта и взвешивают. Пробирки с содержимым подогревают, центрифугируют, как указано в 7.3, осторожно сливают супернатант и взвешивают. В эти же пробирки вносят еще по 10 см^3 исследуемого продукта и снова взвешивают.

После подогрева, центрифугирования, сливания супернатанта и выдерживания пробирок в течение 10 мин вверх дном на фильтровальной бумаге для стекания жидкости, удаления следов жидкости со стенок, пробирки с накопившимся осадком взвешивают.

7.5 Аликвоты продукта, отобранные по 7.3 или 7.4, считают параллельными определениями.

8 Обработка и оформление результатов измерений

8.1 Массовую долю осадка в продукте X, %, вычисляют по формуле

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

где m_0 — масса пустой пробирки по 7.1, г;

m_1 — масса пробирки с пробой продукта, г;

m_2 — масса пробирки с осадком, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

8.2 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{макс} - X_{мин}}{\bar{X}} \cdot 100 \le CR_{0,95}(4), \qquad (2)$$

где $X_{макс}$, $X_{мин}$ — наибольший и наименьший результаты четырех параллельных определений, %;

$\overline{X}$ — среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений, %;

$CR_{0,95}(4)$ — критический диапазон (допускаемое относительное расхождение результатов четырех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$), %.

Значения $CR_{0,95}(4)$ приведены в таблице 1.

В случае невыполнения условия приемлемости (2) применяют методы получения окончательного результата измерений по ГОСТ ИСО 5725-6—2003, пункт 5.2.3.

8.3 Расхождение между результатами двух измерений, полученными на идентичных пробах в разных лабораториях при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$, т. е. должно выполняться условие

$$\frac{|X_{1лаб} - X_{2лаб}|}{\overline{X}_{лаб}} \cdot 100 \le CD_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{1лаб}$, $X_{2лаб}$ — результаты измерений в двух разных лабораториях, признанных приемлемыми по 8.2, %;

$\overline{X}_{лаб}$ — среднеарифметическое значений $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$, %;

$CD_{0,95}$ — критическая разность (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ при числе параллельных определений в каждой лаборатории, равном четырем), %.

Значения $CD_{0,95}$ приведены в таблице 1.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и 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—2003 (пункт 5.3.3.).

8.4 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 5.10) с указанием метода измерения и настоящего стандарта.

Если массовая доля осадка выходит за пределы границ диапазона измерений, то результат измерений выражают как: «Массовая доля осадка менее 0,2 %» или «Массовая доля осадка более 10,0 %».

Таблица 1 — Основные метрологические характеристики метода

Диапазон измерений массовой доли осадка, %	Критический диапазон (допускаемое относительное расхождение результатов четырех параллельных определений при $P = 0,95$) $CR_{0,95}(4)$,%	Критическая разность (допускаемое относительное расхождение результатов измерений, полученных в двух лабораториях при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе параллельных определений в каждой лаборатории, равном четырем), $CD_{0,95}$, %	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.	25	28	6	20
Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторного эксперимента, проведенного в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (раздел 5), с участием четырех лабораторий				

9 Контроль качества результатов измерений

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).

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

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

10.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие среднее специальное образование, опыт работы с данным оборудованием и знакомые с данным методом.

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

Библиография

[1] ТР ТС 023/2011 Технический регламент Таможенного союза «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей», принятый Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 882

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080.01
67.160.20

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, соковая продукция, экстракты, массовая доля осадка, гравиметрический метод

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 25.11.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
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