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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33437— 2015

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение хлоридов методом потенциометрического титрования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79-П)

За принятие голосовали:

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2015 г. № 1281-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33437—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2015

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 Сущность метода . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы . . . 2
5 Отбор и подготовка проб . . . 3
6 Условия проведения измерений . . . 3
7 Подготовка к проведению измерений . . . 3
8 Проведение измерений . . . 4
9 Обработка и оформление результатов измерений . . . 6
10 Метрологические характеристики . . . 7
11 Контроль результатов измерений при реализации метода . . . 8
12 Требования безопасности . . . 8
Библиография . . . 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение хлоридов методом потенциометрического титрования

Juice products. Determination of chlorides by potentiometric titration method

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары и сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы (далее — соковая продукция) и устанавливает потенциометрический метод определения (измерения) массовой концентрации хлорид-ионов.

Диапазон измерения массовой концентрации хлорид-ионов — от $1 \cdot 10^{-2}$ до 10 г/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

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 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

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

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

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

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

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

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

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного 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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 Сущность метода

Метод основан на определении содержания хлорид-ионов потенциометрическим титрованием азотнокислым серебром с ионоселективным электродом в присутствии фонового электролита (азотной кислоты). Конечную точку титрования определяют по перегибу на кривой титрования, который находят графическим или расчетным методом.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ±0,005 г.

Титратор, с функцией потенциометрического титрования, в комплекте с pX-метром (иономером), с диапазоном измерений активности от минус 20,00 до 20,00 ед. pH(pX) (потенциала от минус 2000,0 до 2000,0 мВ) и основной относительной погрешностью титрования ±1,0 %.

Электрод хлорид-селективный*** с кристаллической мембраной, с диапазоном измерения от $3 \cdot 10^{-5}$ до 10^{-1} моль/дм^3 (от 0,22 до 3,5 pCl).

Электрод сравнения одноключевой хлорсеребряный (Ag/AgCl) с потенциалом (200 ± 5) мВ относительно н. в. э.*[4] и электрическим сопротивлением от 2 до 20 кОм при температуре (20 ± 0,5) °С.

Рабочий эталон активности хлорид-ионов с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 pCl.

Государственные (межгосударственные) стандартные образцы состава хлорид-ионов по ГОСТ 8.315 с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при $P = 0,95$.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

*** Например, электроды типа ЭЛИС-131Cl или ЭМ-Cl-01. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других типов электродов с аналогичными характеристиками.

*[4] Электродом сравнения служит нормальный водородный электрод (н. в. э.), потенциал которого принимается равным нулю при любой температуре.

Секундомер механический любого типа.

Пипетки градуированные 1-2-1-5, 1-2-1-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1-100-2, 1-250-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы низкие Н-1-250 по ГОСТ 25336.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч. или стандарт-титр молярной концентрацией $c(AgNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Кислота азотная концентрированная (ρ_{20} = 1,40 г/см^3) по ГОСТ 4461, х. ч.

Спирт поливиниловый со степенью гидролиза (омыления) не менее 95 %.

Вода по ГОСТ ISO 3696, 2-й степени чистоты.

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

5 Отбор и подготовка проб

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

5.2 Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до достижения значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствующих восстановленных соках (пюре), установленного в соответствии с [1].

При разведении вычисляют фактор разведения F, определяемый как отношение массы пробы после разведения к исходной массе пробы концентрированной соковой продукции, взятой для разведения.

6 Условия проведения измерений

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

- температура окружающего воздуха, °С . . . . . 25 ± 5;
- атмосферное давление, кПа . . . . . 97 ± 10;
- относительная влажность воздуха, %. . . . . не более 80;
- напряжение в питающей сети, В . . . . . 220 ± 20;
- частота тока в питающей сети, Гц . . . . . 50 ± 1.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не должно быть загрязненности воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация, электромагнитные помехи или другие факторы, влияющие на измерения массы и объема.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка потенциометрического титратора к работе

Включение и подготовку прибора к работе, вывод его на рабочий режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Режим работы прибора устанавливают в зависимости от типа применяемого оборудования в соответствии с рекомендациями изготовителя.

7.2 Приготовление насыщенного раствора нитрата калия для заполнения электрода сравнения проводят по ГОСТ 4919.1.

7.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора азотнокислого серебра с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки водой по ГОСТ ISO 3696 и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при комнатной температуре (не выше 25 °С) — не более 1 мес. При наличии видимого осадка или помутнении раствор применению не подлежит.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 и установление его точной концентрации допускается проводить по ГОСТ 25794.2.

7.4 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,025 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят мерным цилиндром вместимостью 250 см^3 раствор, приготовленный по 7.3, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно в день проведения измерения.

7.5 Приготовление контрольного раствора молярной концентрации хлорид-иона 0,025 моль/дм^3 (массовой концентрации хлорид-иона 0,886 г/дм^3)

Взвешивают (0,365 ± 0,005) г хлористого натрия и растворяют в мерной колбе вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес. При наличии видимого осадка или помутнении раствор применению не подлежит.

Примечание — Допускается приготовление раствора непосредственно из СО состава хлорид-ионов или из рабочего эталона активности хлорид-ионов (например, значением pCl = 2,05) в соответствии с инструкцией по их применению.

7.6 Приготовление 0,2 % водного раствора поливинилового спирта (защитный коллоид)

Взвешивают (0,2 ± 0,1) г поливинилового спирта и растворяют в стакане в 100 см^3 теплой воды при перемешивании.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес. При наличии видимого осадка или помутнении раствор применению не подлежит.

8 Проведение измерений

8.1 Установление точной концентрации раствора нитрата серебра

8.1.1 Мерным цилиндром отмеряют 95 см^3 воды и переливают в стакан, добавляют пипеткой 5 см^3 контрольного раствора хлорида натрия, приготовленного по 7.5, и 1,0 см^3 азотной кислоты. Погружают мешалку и электроды в раствор и при медленном вращении магнитной мешалки добавляют раствор нитрата серебра, приготовленный по 7.4. Сначала прибавляют 4 см^3 титранта порциями по 0,5 см^3, считывая показания ЭДС* в милливольтах после каждой прибавленной порции. Затем добавляют еще 2 см^3 титранта порциями по 0,1 см^3. После этого завершают титрование, добавляя титрант порциями по 0,5 см^3 в таком количестве, чтобы в целом было израсходовано примерно 10 см^3 раствора титранта.

8.1.2 Считывание ЭДС в милливольтах проводят через 30 с после каждого добавления.

Строят график полученных значений (кривую титрования) в координатах потенциал, E, мВ — объем титранта, см^3, или в координатах $\Delta E/\Delta V$, объем титранта, см^3. Определяют потенциал конечной точки титрования (точки эквивалентности) по точке перегиба на кривой титрования вручную или с помощью программного обеспечения титратора.

Пример вычисления первой производной ЭДС в зависимости от объема добавленного титранта приведен в таблице 1, кривая титрования в координатах $\Delta E/\Delta V$ — объем титранта, см^3 («кривая по первой производной»), приведена на рисунке 1.

Таблица 1 — Результаты потенциометрического титрования контрольного раствора для построения «кривой по первой производной»

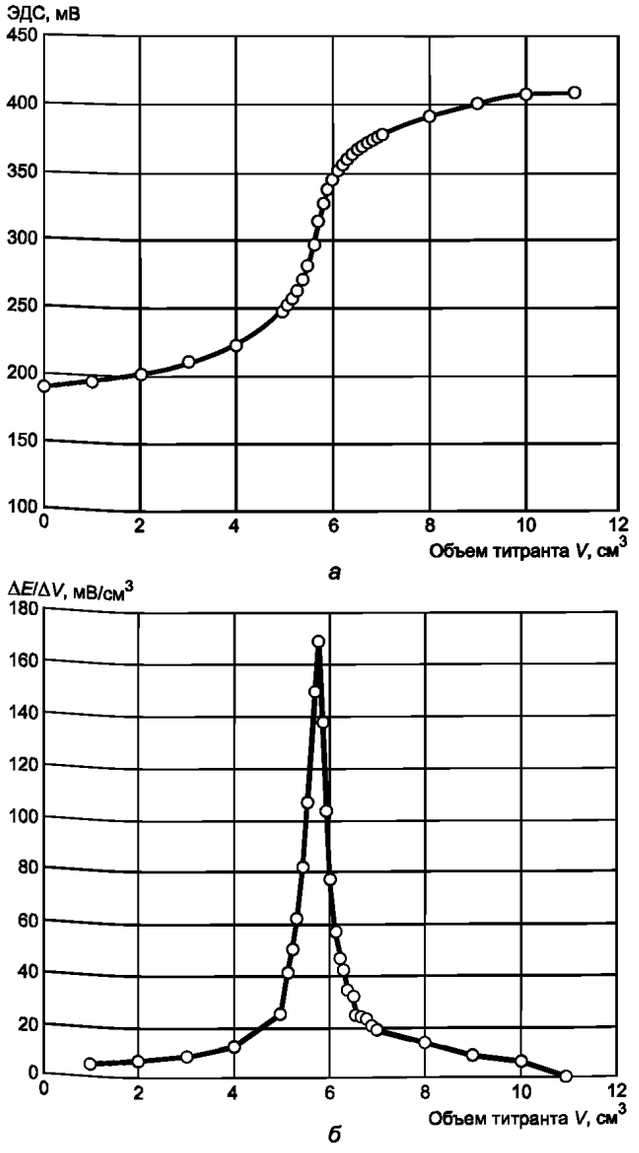
Объем $AgNO_3$, см^3	E, мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/см^3	Объем $AgNO_3$, см^3	E, мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/см^3
0,00	189,35		5,10	251,91	41,30
1,00	194,66	5,31	5,20	256,97	50,60
2,00	201,25	6,59	5,30	263,15	61,80
3,00	209,75	8,50	5,40	271,31	81,60
4,00	222,45	12,70	5,50	282,00	106,90
5,00	247,78	25,33	5,60	296,99	149,90

* ЭДС — электродвижущая сила обратимых электрохимических цепей. Потенциометрия основана на измерении ЭДС.

Окончание таблицы 1

Объем $AgNO_3$, $см^3$	E, мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/$см^3$	Объем $AgNO_3$, $см^3$	E, мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/$см^3$
5,70	313,92	169,30	6,60	369,52	24,70
5,80	327,72	138,00	6,70	371,95	24,30
5,90	338,09	103,70	6,80	374,32	23,70
6,00	345,81	77,20	6,90	376,36	20,40
6,10	351,53	57,20	7,00	378,27	19,10
6,20	356,15	46,20	8,00	392,31	14,04
6,30	360,36	42,10	9,00	401,61	9,30
6,40	363,83	34,70	10,00	408,38	6,77
6,50	367,05	32,20	11,00	409,27	0,89

Примечание — Для каждой соседней пары точек вычисляют следующее отношение: $(E_{i+1} - E_i)/(V_{i+1} - V_i)$, где E_i — потенциал ионоселективного электрода после добавки титранта объемом V_i. Каждому вычисленному значению, а это будет ордината будущего графика, соответствует значение абсциссы, которая определяется как среднеарифметическое $(V_{i+1} + V_i)/2$.



а — интегральная кривая титрования; *б* — кривая титрования по первой производной

Рисунок 1 — Кривые потенциометрического титрования контрольного раствора

8.1.3 Находят по кривой титрования эквивалентный объем титранта V_{AgNO_3}, см^3, пошедший на титрование хлорид-ионов раствора хлорида натрия.

Точную (молярную) концентрацию раствора титранта (нитрата серебра) C, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{AgNO_3} = \frac{C_{Cl^-} \cdot V_{Cl^-}}{35{,}45 \cdot V_{AgNO_3}} = \frac{0{,}886 \cdot 5{,}0}{35{,}45 \cdot V_{AgNO_3}} = \frac{0{,}125}{V_{AgNO_3}}, \quad (1)$$

где C_{Cl^-} — массовая концентрация хлорид-ионов в растворе хлорида натрия, равная 0,886 г/дм^3;

V_{Cl^-} — объем раствора хлорида натрия, взятый для титрования, равный 5 см^3;

35,45 — молярная масса хлорид-иона, г/моль;

V_{AgNO_3} — объем раствора $AgNO_3$, пошедший на титрование до точки эквивалентности (см. 8.1.2), см^3.

8.2 Титрование пробы

8.2.1 Каждую пробу измеряют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14).

Мерным цилиндром отмеряют 50 см^3 подготовленной по разделу 5, пробы, разбавленной так, чтобы на последующее титрование расходовалось от 10 до 25 см^3 титранта, затем переливают в стакан, добавляют к ней 50 см^3 воды, затем 1,0 см^3 азотной кислоты и титруют раствором нитрата серебра молярной концентрации 0,025 или 0,1 моль/дм^3 в присутствии поливинилового спирта (защитного коллоида) (см. таблицу 2) так же, как описано в 8.1.

Таблица 2 — Рекомендуемая концентрация раствора титранта и объем защитного коллоида в зависимости от ожидаемого содержания хлорид-ионов в пробе

Наименование показателя	Ожидаемое содержание хлорид-ионов в соковой продукции, г/дм^3	
	От 0,01 до 1,00 включ.	Св. 1 до 10 включ.
Концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм^3	0,025	0,1
Объем раствора поливинилового спирта, см^3	0,500	2,0

8.2.2 Строят график полученных значений (кривую титрования) в координатах потенциал, E, мВ — объем титранта, см^3, или в координатах $\Delta E/\Delta V$ — объем титранта, см^3. Определяют потенциал конечной точки титрования (точки эквивалентности) по точке перегиба на кривой титрования вручную или с помощью программного обеспечения титратора.

9 Обработка и оформление результатов измерений

9.1 Массовую концентрацию хлорид-ионов в пробе соковой продукции C_{Cl^-}, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{Cl^-} = \frac{35{,}45 \cdot C_{(AgNO_3)} \cdot V_{AgNO_3} \cdot F \cdot V_1}{V_0 \cdot V_2}, \quad (2)$$

где 35,45 — молярная масса хлорид-ионов, г/моль;

C_{AgNO_3} — молярная концентрация титранта, моль/дм^3, вычисленная по формуле (1);

V_{AgNO_3} — объем раствора титранта, пошедший на титрование до точки эквивалентности (см. 8.2.2), см^3;

F — коэффициент разведения водой для концентрированной соковой продукции, подготовленной по разделу 5;

V_1 — объем мерной колбы, взятой для разведения соковой продукции, см^3;

V_0 — объем лабораторной пробы, взятой для разведения, см^3;

V_2 — объем пробы соковой продукции (разбавленной или неразбавленной), взятой на титрование, см^3.

Все вычисления проводят до второго десятичного знака.

9.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает предела повторяемости $r_{отн}$, (см. таблицу 3), при доверительной вероятности $P = 0,95$

$$2\frac{|C_1 - C_2|}{C_1 + C_2} \le 0,01 r_{отн}, \quad (3)$$

где C_1, C_2 — результаты параллельных измерений, вычисленные по формуле (2), г/дм^3;

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

9.3 В случае превышения предела повторяемости $r_{отн}$ необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных измерений в полном соответствии с разделом 8. Если при этом расхождение максимального и минимального значений из результатов четырех параллельных измерений равно или меньше критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений.

9.4 Если расхождение максимального и минимального значений больше $CR_{0,95}(4)$, то в качестве результата измерений принимают медиану четырех результатов параллельных измерений. Затем целесообразно приостановить измерение для выяснения причин превышения критического диапазона.

9.5 Расхождение между двумя результатами измерений, полученными в двух лабораториях при соблюдении условий воспроизводимости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.18) относительно их среднеарифметического значения не должно превышать предела воспроизводимости $R_{отн}$ (см. таблицу 3).

При выполнении этого условия приемлемы оба результата, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3, 5.3.4).

9.6 Результаты измерений в документах, предусматривающих их использование, представляют согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием настоящего метода в виде

$$\overline{C}_{Cl} \pm 0,01\delta\,\overline{C}_{Cl}, \text{ при } P = 0,95, \quad (4)$$

где $\overline{C}_{Cl}$ — результаты, полученные в соответствии с настоящим методом, г/дм^3;

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности измерений (показатель точности методики), %, указанные в таблице 3.

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

Если массовая концентрация хлорид-ионов в соковой продукции менее $1 \cdot 10^{-2}$ г/дм^3, приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация хлорид-ионов менее $1 \cdot 10^{-2}$ г/дм^3».

В протоколе испытаний указывают:

- всю информацию, необходимую для идентификации пробы (вид пробы, происхождение пробы, обозначение);
- результаты испытаний, полученные в соответствии с настоящим стандартом;
- значение массовой доли растворимых сухих веществ для концентрированной соковой продукции.

10 Метрологические характеристики

При соблюдении всех условий проведения измерения потенциометрический метод измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений хлорид-ионов

Диапазон измерений массовой концентрации, г/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r,\ отн}$ %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R,отн}$ %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) $\pm$ δ, %
От $1 \cdot 10^{-2}$ до 1,0 включ.	5	12	8	25
Свыше 1,0 до 10 включ.	2	8	4	16

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости метода приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона $CR_{0,95}(4)_{отн}$ при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений массовой концентрации, г/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) $r_{отн}$, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95}(4)_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$, %
От $1 \cdot 10^{-2}$ до 1,0 включ.	14	18	33
Свыше 1,0 до 10 включ.	5,5	7	22

11 Контроль результатов измерений при реализации метода

Оперативный контроль погрешности (точности) результатов измерений проводят с использованием образцов для контроля (ОК). В качестве ОК используют аттестованные смеси по [2], приготовленные введением известного количества хлорида натрия или ГСО (МСО) состава хлорид-ионов по ГОСТ 8.315 в пробы соковой продукции, не содержащей хлорид-ионов.

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации метода выполняют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя методы контроля стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) и показателя правильности по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.4). Проверку стабильности проводят с применением контрольных карт Шухарта.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2).

12 Требования безопасности

12.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе в лаборатории по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.018.

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

12.2 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 владеющие данным методом.

Библиография

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

[2] РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, фруктовые и овощные соки, нектары, морсы, сокосодержащие напитки, хлориды, массовая концентрация, потенциометрическое титрование, подготовка к проведению измерения, проведение измерения, предел повторяемости

Редактор *Л.Л. Штедель*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 03.11.2015. Подписано в печать 18.11.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 46 экз. Зак. 3708.

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

gost.e-ecolog.ru