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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33313— 2015

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение формольного числа методом потенциометрического титрования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН 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 18 июня 2015 г. № 47)

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июля 2015 г. № 1028-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33313—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение формольного числа методом потенциометрического титрования

Juice products. Determination of formol number by potentiometric method

Дата введения — 2017—01—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, в том числе обогащенные и предназначенные для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает метод потенциометрического титрования для определения (измерения) формольного числа.

Диапазон измерений формольного числа — от 1 до 30 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, расходуемого на титрование 100 см^3 пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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 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 условия и методы испытания**

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*4

---

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

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

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

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 «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **формольное число:** Объем раствора гидроокиси натрия в кубических сантиметрах концентрацией 0,1 моль/дм^3, расходуемый на титрование 100 см^3 пробы соковой продукции.

Примечание — Формольное число косвенно характеризует суммарное содержание в соковой продукции аминокислот со свободными первичными аминогруппами (общий и аминный азот), а также свободного и связанного аммиака.

4 Сущность метода

Метод основан на связывании первичных аминогрупп аминокислот и аммиака избытком формальдегида с образованием соответствующих метиленовых производных, и последующим обратным титрованием свободных карбоксильных групп раствором гидроксида натрия.

По количеству израсходованного раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию, определяют формольное число, при этом принимают, что количество карбоксильных групп эквивалентно количеству первичных аминогрупп, прореагировавших с формальдегидом.

Точку эквивалентности устанавливают потенциометрически при 8,1 ед. pH.

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

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 комбинированный стеклянный со встроенным одноключевым электродом сравнения, с диапазоном измерений от 0 до 12 ед. pH при температуре 25 °С.

Мешалка магнитная.

Цилиндры мерные 1-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 2-2-1, 2-2-5, 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Микробюретка вместимостью 10 см^3 и ценой наименьшего деления ± 0,02 см^3.

Колба мерная 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стакан лабораторный В-1-150 по ГОСТ 25336.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.
Формалин с массовой долей формальдегида не менее 35 %.
Перекись водорода по ГОСТ 10929, х. ч.
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 и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка лабораторных проб — по ГОСТ 26671.
6.2 Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до достижения значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствующих восстановленных соках (пюре), установленного в соответствии с [1].
6.3 Соковую продукцию из цитрусовых фруктов разбавляют из расчета 5 см^3 пробы на 20 см^3 воды. При разведении вычисляют фактор разведения *F*, определяемый как отношение объема пробы после разведения к исходному объему пробы, взятому для разведения.

7 Условия проведения измерений

При подготовке к проведению измерений и проведении измерений соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха, °С . . . . . 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа . . . . . 97 ± 10;
- относительная влажность, %. . . . . от 40 до 90;
- 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.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка потенциометрического титратора к работе

Включение и подготовку потенциометрического титратора к работе, вывод его на рабочий режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.
Режим работы прибора и режим титрования устанавливают в зависимости от типа применяемого оборудования в соответствии с рекомендациями изготовителя.

8.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора гидроокиси натрия 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.

Примечание — При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и установку его точной концентрации допускается проводить потенциометрически в условиях проведения измерений по ГОСТ 25794.1.

8.3 Раствор формалина, нейтрализованный до (8,1 ± 0,2) ед. pH

Формалин наливают в стакан и нейтрализуют при перемешивании путем прибавления по каплям раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 8.2 непосредственно перед проведением измерений, до (8,1 ± 0,1) ед. pH, регистрируя показания pX-метра (иономера).

9 Проведение измерений

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

Подготовленную по разделу 6 лабораторную пробу соковой продукции объемом 25 см^3 переносят в стакан, добавляют 1 см^3 перекиси водорода, в раствор погружают электроды pX-метра (иономера), включают мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 8.2, до значения (8,1 ± 0,1) ед. pH. Затем, не останавливая перемешивания в нем раствора, добавляют пипеткой 10 см^3 раствора формалина и через минуту после окончания реакции, продолжают титрование раствором гидроокиси натрия до значения (8,1 ± 0,1) ед. pH.

Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина, отсчитывая показания по шкале микробюретки с точностью до 0,02 см^3. Если общий объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина превышает 20 см^3, то титрование повторяют, используя свежую порцию пробы соковой продукции объемом 25 см^3 и добавляя к ней 15 см^3 раствора формалина.

После каждого измерения электроды промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Формольное число X, см^3, раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы, вычисляют по формуле

$$X = 4 \cdot V(\text{NaOH}) \cdot F, \quad (1)$$

где 4 — коэффициент пересчета объема пробы соковой продукции (см. раздел 9), взятого для титрования, на объем пробы 100 см^3;

V(NaOH) — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование после добавления раствора формалина (см. раздел 9), см^3;

F — фактор разведения пробы соковой продукции, подготовленной по разделу 6.

Все вычисления проводят до первого 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 доверительной вероятности P = 0,95

$$2 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le 0{,}01 \cdot r_{отн}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений формольного числа, см^3;

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

Таблица 1 — Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона $CR_{0,95}(4)_{отн}$ при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений формольного числа, см^3, раствора c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы	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 до 10 включ.	11	14	42
Св. 10 до 30 включ.	6	7	14

10.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с методом измерений, изложенным в настоящем стандарте. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если относительное расхождение между ними при соблюдении условий согласно ГОСТ ISO 5725-6 (раздел 5) не превышает значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$ (см. таблицу 1), при доверительной вероятности P = 0,95.

10.4 Если расхождение полученных четырех результатов параллельных измерений больше $CR_{0,95}$ (4), измерения приостанавливают и выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в полном соответствии с настоящим стандартом.

10.5 Расхождение между двумя окончательными результатами измерений, полученными в двух лабораториях (m = 2) при соблюдении условий воспроизводимости [ГОСТ ISO 5725-1 (подраздел 3.18)] относительно их среднеарифметического значения не должно превышать предела воспроизводимости $R_{отн}$ (см. таблицу 1). 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 ISO 5725-6 (пункты 5.3.3—5.3.4).

10.6 Окончательный результат измерения регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием настоящего стандарта в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \text{, при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений формольного числа, выполненных в условиях повторяемости, см^3;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения, см^3, вычисляемые по формуле

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

где $\pm\delta$ — границы относительной погрешности измерения (см. таблицу 2), %.

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

11 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

Диапазон измерений формольного числа, см^3 раствора c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 на 100 см^3 пробы	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r_{отн}}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R_{отн}}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) $\pm\delta$, %
От 1 до 10 включ.	4	15	31
Св. 10 до 30 включ.	2	5	14

12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

12.1 Контроль качества результатов измерений предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности, погрешности).

Организацию и оценку результатов контроля осуществляют в соответствии с рекомендациями [2].

12.2 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ ISO 5725-6 и [2], используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и погрешности по ГОСТ ISO 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта.

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

13 Требования безопасности

13.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности: при работе в лаборатории по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с требованиями, изложенными в инструкциях по эксплуатации оборудования.

13.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие образование не ниже средне-специального, изучившие инструкции по работе с потенциометрическим титратором 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 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, формольное число, потенциометрическое титрование

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 30.08.2018. Подписано в печать 18.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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