ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55578— 2013

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ

Метод определения осмоляльности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-исследовательский институт питания» Российской академии медицинских наук (ФГБУ «НИИ питания» РАМН)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 036 «Функциональные пищевые продукты»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2013 г. № 853-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 и реактивы . . . 2
6 Отбор проб . . . 3
7 Подготовка к проведению измерений . . . 3
8 Условия проведения измерений . . . 4
9 Проведение измерений . . . 4
10 Обработка результатов измерений . . . 5
11 Оформление результатов измерений . . . 5
12 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости . . . 5
13 Метрологические характеристики метода . . . 5
14 Контроль качества результатов измерений . . . 6
15 Требования безопасности . . . 6
16 Требования к квалификации оператора . . . 6
Приложение А (обязательное) Масса хлористого натрия для приготовления градуировочных растворов, осмоляльность и значения температур замерзания градуировочных растворов . . . 7
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ

Метод определения осмоляльности

Specialized food products. Method of osmolality determination

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пищевые специализированные: продукты на молочной основе для питания детей раннего возраста (сухие и жидкие смеси), напитки для спортсменов, продукты диетического (лечебного и профилактического) питания, в т. ч. для энтерального питания, функциональные напитки и устанавливает криоскопический метод измерения осмоляльности (осмотической концентрации) водных растворов.

Диапазон измерений осмоляльности (осмотической концентрации) — от 0 до 2000 ммоль/кг воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 3956—76 Селикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6687.0—86 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

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 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

Издание официальное

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **осмоляльность (осмотическая концентрация):** Показатель, характеризующий осмотическое давление жидкостей, представляет собой сумму концентраций катионов, анионов и неэлектролитов, т. е. всех кинетически активных частиц в килограмме воды, и выражается в миллимолях на килограмм воды (ммоль/кг воды).

4 Сущность метода

Криоскопический метод измерения осмоляльности (осмотической концентрации) веществ в растворе основан на сравнительном измерении понижения температуры замерзания исследуемого раствора относительно температуры замерзания чистого растворителя.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Осмометр с диапазоном измерений осмотической концентрации от 0 до 2000 ммоль/кг воды, с рабочим объемом пробы не менее 0,2 $см^3$ и следующими метрологическими характеристиками:

- при измерении концентрации от 0 до 500 ммоль/кг H_2O:

пределы допускаемой систематической составляющей основной абсолютной погрешности ±3 ммоль/кг воды и предел допускаемого СКО случайной составляющей основной абсолютной погрешности 2 ммоль/кг воды;

- при измерении концентрации свыше 500 до 2000 ммоль/кг воды:

пределы допускаемой систематической составляющей приведенной погрешности ±0,5 % и предел допускаемого СКО случайной составляющей приведенной погрешности 0,3 %.

Пробирки стеклянные измерительные цилиндрической формы, вместимостью 1,7 $см^3$, входящие в комплектацию осмометра.

Весы лабораторные с дискретностью 0,001 г, с наибольшим пределом взвешивания 210 г, пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,002 г.

Весы лабораторные с дискретностью 0,01 г, с наибольшим пределом взвешивания 510 г, с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,02 г.

Муфельная печь лабораторная с объемом рабочей камеры не менее 3 $дм^3$, обеспечивающая поддержание заданного режима температур от 0 °С до 500 °С.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Лодочки фарфоровые для прокаливания ЛС 4 по ГОСТ 9147.

Колба мерная 2а-200(250)(500)(1000)-2 с пластмассовой пробкой по ГОСТ 1770.

Воронка В-36(75)-80(110)ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1-1-1-0,5 по ГОСТ 29227.

Одноканальный микродозатор с фиксированным объемом дозирования 0,2 $см^3$ и основной приведенной погрешностью дозирования ±1,0 %.

Наконечники для одноканального микродозатора объемом 0,2 $см^3$.

Шпатель 2 или ложка 2 по ГОСТ 9147.

Стаканы В-2-50 ТС; В-1-250(600) ТС, СН45/13 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-500(250)-2 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не более 10 см.

Термометр жидкостной стеклянный, тип А по ГОСТ 28498.

Промывалка лабораторная.

Посуда стеклянная или пластмассовая (полиэтиленовая) с плотно закрывающейся пробкой для хранения градуировочных растворов.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый, х. ч. по ГОСТ 4233.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, по метрологическим, техническим характеристикам и по качеству не уступающих перечисленным выше.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 6687.0, ГОСТ 26809, ГОСТ 15113.0.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка хлористого натрия

(350,0 ± 0,1) г хлористого натрия помещают в емкость для прокаливания и ставят в открытом виде в муфельную печь на 2 ч, постоянно увеличивая температуру прокаливания до (500 ± 2) °С. По истечении этого времени емкость с хлористым натрием вынимают из муфельной печи металлическими щипцами, охлаждают в эксикаторе с силикагелем до комнатной температуры в течение от 20 до 30 мин и взвешивают. Хлористый натрий сушат до постоянной массы, взвешивая через каждый час и охлаждая емкость перед каждым взвешиванием в эксикаторе, до тех пор, пока расхождение между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,004 г.

7.2 Приготовление градуировочных растворов хлористого натрия

Подбор массы хлористого натрия, необходимой для приготовления растворов соответствующих осмотических концентраций, осуществляют в соответствии с приложением А настоящего стандарта или инструкцией изготовителя осмометра.

Хлористый натрий, подготовленный по 7.1 и взятый по массе в соответствии с приложением А, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде температурой (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы хранят в плотно закрытых стеклянных или пластмассовых (полиэтиленовых) емкостях в затемненном месте при температуре (20 ± 5) °С в течение не более 6 месяцев. В случае появления помутнения, хлопьев или осадка, следует приготовить новые растворы.

7.3 Подготовка термодатчика и иглы прибора

Перед проведением градуировки прибора термодатчик и иглу прибора промывают дистиллированной водой. Для этого измерительную пробирку на $^1/_2$ объема заполняют дистиллированной водой температурой (20 ± 2) °С. Надевают снизу пробирку на термодатчик и несколько раз погружают термодатчик и иглу в дистиллированную воду, осторожно покачивая пробирку. Остатки воды с термодатчика и иглы удаляют фильтровальной бумагой. При необходимости нижнюю часть толкателя и верхнюю часть отверстия камеры прибора протирают фильтровальной бумагой.

7.4 Градуировка прибора

7.4.1 При включении прибора проверяют положение рабочего органа прибора (толкателя), который должен находиться в верхнем положении.

7.4.2 Градуировку прибора в точке ноль проводят по дистиллированной воде ежедневно перед началом проведения измерений исследуемых проб с целью подтверждения стабильности работы прибора.

В чистую сухую измерительную пробирку наливают 0,2 см^3 дистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С, устанавливают пробирку в отверстие камеры прибора и проводят измерение в соответствии с инструкцией на прибор. После проведения измерения проводят подготовку термодатчика и иглы по 7.3 к повторному измерению. Повторное измерение проводят при тех же условиях.

Примечание — Для повторных измерений необходимо брать пробу той же дистиллированной воды. Пробы дистиллированной воды должны иметь перед измерениями одинаковую температуру.

Градуировка прибора в точке ноль считается законченной, если расхождение между двумя измерениями по абсолютной величине не превышает 1 ммоль/кг воды.

Если расхождение между двумя измерениями по абсолютной величине превышает 1 ммоль/кг воды, то проводят градуировку прибора по градуировочным растворам.

7.4.3 Градуировку прибора по градуировочным растворам с известными значениями осмотической концентрации, приготовленными по 7.2, проводят при первичном выборе необходимого диапазона измерений осмотической концентрации, а также при условии, изложенном в 7.4.2.

Градуировку прибора необходимо проводить в порядке увеличения значений осмотических концентраций градуировочных растворов. Выбирают точки (точку), необходимые для градуировки той части всего диапазона измерений прибора, в которой помещается предполагаемый диапазон измерений анализируемых проб, с учетом промежуточных точек, необходимых для линеаризации градуировочной зависимости термодатчика. Для работы во всем диапазоне измерений от 0 до 2000 ммоль/кг воды с пробами различных анализируемых продуктов достаточно провести градуировку в точках 0, 500, 1000 и 2000 ммоль/кг воды.

В чистую сухую измерительную пробирку наливают 0,2 см^3 выбранного градуировочного раствора хлористого натрия температурой (20 ± 2) °С, устанавливают пробирку в отверстие камеры прибора и проводят измерение. После проведения измерения проводят подготовку термодатчика и иглы по 7.3 к повторному измерению. Повторное измерение проводят при тех же условиях.

Перед измерением осмотической концентрации нового градуировочного раствора необходимо промыть термодатчик этим градуировочным раствором.

Примечание — Для повторных измерений необходимо брать пробу того же градуировочного раствора. Пробы градуировочных растворов должны иметь перед измерениями одинаковую температуру.

Градуировку прибора в выбранной точке считают законченной, если расхождение между двумя измерениями для диапазона измерений от 0 до 500 ммоль/кг воды не превышает по абсолютной величине 3 ммоль/кг воды, или 8 ммоль/кг воды для диапазона измерений свыше 500 до 2000 ммоль/кг воды.

7.5 Подготовка проб

Подготовка проб напитков — по ГОСТ 6687.0 и ГОСТ 26809.

Подготовку проб сухих продуктов для приготовления напитков осуществляют непосредственно перед проведением измерений, следуя указаниям по приготовлению готового напитка, указанным на этикетке.

8 Условия проведения измерений

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С . . . . . 20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, % . . . . . от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) . . . . . от 84 до 106 (от 630 до 795).

9 Проведение измерений

Термодатчик и иглу прибора к первому измерению готовят по 7.3.

В чистую сухую измерительную пробирку наливают 0,2 см^3 подготовленной по 7.5 пробы продукта температурой (20 ± 2) °С. Пробирку с пробой устанавливают в отверстие камеры прибора и проводят

измерение. После проведения измерения проводят подготовку термодатчика и иглы по 7.3 к повторному измерению. Повторное измерение проводят при тех же условиях.

По окончании измерений термодатчик и иглу очищают от загрязнений по 7.3. В отверстие камеры прибора ставят сухую чистую пробирку, куда, после выключения прибора, опускают рабочий орган (толкатель).

10 Обработка результатов измерений

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение $X_{ср}$ результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (1)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, ммоль/кг воды;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1, ммоль/кг воды.

Если условие (1) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений.

11 Оформление результатов измерений

Результат измерений осмоляльности (осмотической концентрации) представляют в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \ P = 95\ \%,$$

где $X_{ср}$ — среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, вычисленное до первого десятичного знака и округленное до целого числа, ммоль/кг воды;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерений (таблица 1), ммоль/кг воды.

12 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов по абсолютной величине со значением предела воспроизводимости:

$$|X_3 - X_4| \le R, \quad (2)$$

где X_3 и X_4 — результаты двух измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, ммоль/кг воды;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, ммоль/кг воды.

Если предел воспроизводимости не превышен, то приемлемы оба результата измерений, полученные двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если предел воспроизводимости превышен, то выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

13 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики криоскопического метода измерений осмоляльности (осмотической концентрации) представлены в таблице 1.

Таблица 1

Метрологическая характеристика (P = 95 %)	Диапазон измерений осмоляльности, ммоль/кг воды	
	От 0 до 500 включ.	Св. 500 до 2000 включ.
СКО повторяемости, σ_r, ммоль/кг воды	1	3
Предел повторяемости, r, ммоль/кг воды	3	8

Окончание таблицы 1

Метрологическая характеристика (P = 95 %)	Диапазон измерений осмоляльности, ммоль/кг воды	
	От 0 до 500 включ.	Св. 500 до 2000 включ.
СКО воспроизводимости, σ_R, ммоль/кг воды	3	8
Предел воспроизводимости, R, ммоль/кг воды	8	22
Показатель точности (границы абсолютной погрешности), $\pm \Delta$, ммоль/кг воды	6	16

14 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3). Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность и процедуры контроля результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

15 Требования безопасности

При выполнении измерений осмоляльности (осмотической концентрации) соблюдают следующие требования.

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

15.2 Помещение должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

15.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

15.4 Организация обучения работающих по ГОСТ 12.0.004.

16 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие настоящую методику измерений.

Приложение А
(обязательное)

Масса хлористого натрия для приготовления градуировочных растворов, осмоляльность и значения температур замерзания градуировочных растворов

А.1 Масса хлористого натрия для приготовления градуировочных растворов, осмоляльность и значения температур замерзания градуировочных растворов [1] приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Масса хлористого натрия, г	Осмоляльность, ммоль/кг воды	Температура замерзания, °С
3,101	100	–0,1860
6,290	200	–0,3720
8,511	—	–0,5000
9,511	300	–0,5580
12,750	400	–0,7440
16,000	500	–0,9300
17,224	—	–1,0000
24,140	750	–1,3950
32,280	1000	–1,8600
38,770	1200	–2,2320
48,470	1500	–2,7900
58,110	1800	–3,3480
64,480	2000	–3,7200

Библиография

[1] ГСССД 154—91 Водные растворы хлоридов натрия и калия. Понижение температуры замерзания и эффективные (осмотические) концентрации. — М.: Издательство стандартов. — 1991

УДК 637.072:663.86:543.62:006.354 ОКС 67.050

Ключевые слова: продукты пищевые специализированные, осмоляльность, осмотическая концентрация, криоскопический метод, градуировочные растворы, диапазон измерений

Редактор *А.В. Павлов*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.10.2014. Подписано в печать 27.10.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 66 экз. Зак. 4392.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru