

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ
34128—
2017

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

**Рефрактометрический метод определения
массовой доли растворимых сухих веществ**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

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, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС) при участии акционерного общества «Мултон» (АО «Мултон»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 июня 2017 г. № 51)

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 8 сентября 2017 г. № 1048-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34128—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 2173—2013 в части соковой продукции

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 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, материалы и реактивы | 2 |
| 6 Отбор и подготовка проб | 3 |
| 7 Проведение измерений | 3 |
| 8 Обработка и оформление результатов | 3 |
| 9 Контроль качества результатов измерений | 5 |
| 10 Требования безопасности | 5 |
| Приложение А (обязательное) Температурные поправки при рефрактометрических измерениях | 6 |
| Библиография | 7 |

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ**Рефрактометрический метод определения
массовой доли растворимых сухих веществ**

Juice products. Refractometric method for the determination of soluble solids mass concentration

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соковую продукцию из фруктов и овощей и устанавливает рефрактометрический метод определения массовой доли растворимых сухих веществ.

Диапазон измерений массовой доли растворимых сухих веществ — от 2,0 % до 80,0 %.

П р и м е ч а н и е — Массовую долю растворимых сухих веществ допускается выражать в градусах Брикса (° Брикса). 1 ° Брикса соответствует 1 %.

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9412 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 34127 Продукция соковая. Определение титруемой кислотности методом потенциометрического титрования

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

ГОСТ ISO 2173—2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

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

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

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

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

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**

П р и м е ч а н и е — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документе 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 массовая доля растворимых сухих веществ: Суммарное содержание углеводов и других растворимых в воде соединений (органические кислоты, минеральные вещества, аминокислоты и др.), выраженное в пересчете на содержание сахараозы в 100 г раствора, в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении показателя преломления пробы при определенной температуре с помощью рефрактометра. Результат измерений выражают в единицах массовой доли сахараозы в водном растворе (в %), имеющем в заданных условиях такой же показатель преломления, как и проба.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности взвешивания $\pm 0,01$ г.

Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах массовой доли сахараозы или градусах Брикса, с пределом допускаемой погрешности не более $\pm 0,1\%$ (° Брикса).

Термостат для поддержания температуры призм рефрактометра в диапазоне температур $(20,0 \pm 0,5)$ °C.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая центрифужное ускорение 3000 г на дне центрифужной пробирки. Частоту вращения ротора центрифуги n , об/мин, необходимую для получения центрифужного ускорения 3000 г, вычисляют по формуле

$$n = \frac{51801,2}{\sqrt{R}} . \quad (1)$$

где 51801,2 — коэффициент пересчета от радиуса центрифуги к частоте вращения ротора;

R — радиус центрифуги, измеряемый от центра центрифуги до дна центрифужной пробирки в состоянии вращения, мм.

Стакан лабораторный вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

Безворсовые салфетки для оптики.

Одноразовые пипетки.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Марля отбеленная по ГОСТ 9412.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Мельница лабораторная, блендер или другое оборудование для измельчения клеток цитрусовых фруктов.

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

** Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

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

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6.2 Подготовка проб к измерениям

6.2.1 Жидкие продукты, не содержащие большого количества взвешенных частиц (соки, нектары, сокосодержащие напитки и морсы), тщательно перемешивают и используют для измерений.

6.2.2 Клетки цитрусовых фруктов перед измерением измельчают с помощью лабораторной мельницы, блендера или другого оборудования до достижения гомогенности.

6.2.3 Вязкие продукты, такие как концентрированные соки, тщательно перемешивают и используют для измерений.

6.2.4 Фруктовые и овощные пюре тщательно перемешивают и центрифицируют при центрифужном ускорении 3000 г в течение 10 мин. Супернатант используют для измерений.

П р и м е ч а н и е — Фруктовые и овощные пюре допускается использовать для измерений непосредственно после перемешивания пробы либо использовать для измерений фильтрат, полученный после фильтрования пюре через бумажный фильтр или сложенную вчетверо марлю, при условии, что для этих пюре относительное расхождение между содержанием растворимых сухих веществ, полученным указанными способами и после центрифугирования, не превышает предела повторяемости, указанного в таблице 2. В случае возникновения спорных ситуаций при подготовке пробы используют центрифугирование.

6.2.5 Концентрированные фруктовые и овощные пюре тщательно перемешивают и разбавляют водой в соотношении 1:5 весовым методом. Для этого в стакан отбирают пробу массой не менее 30 г, взвешенную с погрешностью $\pm 0,01$ г, и добавляют воду в пятикратном количестве от массы пробы. Анализируемую пробу с добавленной водой взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г, перемешивают до однородного состояния и центрифицируют при центрифужном ускорении 3000 г в течение 10 мин. Полученный супернатант используют для измерений.

7 Проведение измерений

7.1 Рефрактометр подготавливают к работе и проверяют его работоспособность в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Четыре-пять капель пробы, подготовленной по 6.2, помещают на рабочую призму рефрактометра таким образом, чтобы вся поверхность призмы была покрыта жидкостью, и, если это предусмотрено конструкцией рефрактометра, призму с пробой накрывают крышкой. После стабилизации температуры призмы до $(20,0 \pm 0,5)$ °C проводят измерения в соответствии с руководством по эксплуатации рефрактометра. Если рефрактометр не снабжен средством регулирования температуры призмы, то регистрируют температуру, при которой проведены измерения, и в полученное значение вносят температурную поправку, значение которой указано в приложении А.

7.3 Для соковой продукции, для которой установлен норматив содержания растворимых сухих веществ с учетом корректировки по кислотности (см. [1], приложение 2), в найденное значение массовой доли растворимых сухих веществ вносят поправку на титруемую кислотность (см. 8.3).

8 Обработка и оформление результатов

8.1 Измерения проводят не менее двух раз в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14). Содержание растворимых сухих веществ в пробах, подготовленных по 6.2.1—6.2.4, определяют непосредственно по показаниям рефрактометра и выражают в процентах.

8.2 Массовую долю растворимых сухих веществ X , %, в пробах, подготовленных по 6.2.5, вычисляют по формуле

$$X = \frac{P \cdot m_1}{m_0} , \quad (2)$$

где P — значение массовой доли растворимых сухих веществ в подготовленной пробе (см. 7.2), %;

m_1 — масса разбавленной пробы, г;

m_0 — масса пробы продукта, г.

8.3 Для соковой продукции, для которой установлен норматив содержания растворимых сухих веществ с учетом корректировки по кислотности (см. [1], приложение 2), содержание растворимых сухих веществ определяют, прибавляя к результату измерений по 8.1 или 8.2 поправку на титруемую кислотность Δ_m , %, которую вычисляют по формуле

$$\Delta m = 0,012 + 0,193 \cdot m - 0,0004 \cdot m^2, \quad (3)$$

где 0,012, 0,193 и 0,0004 — коэффициенты пересчета от массовой доли титруемых кислот к поправке на титруемую кислотность;

m — массовая доля титруемых кислот в пересчете на преобладающую кислоту, определяемую по ГОСТ 34127, %.

Для соковой продукции с добавлением соли к показаниям рефрактометра, выраженным в единицах массовой доли сахараозы при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, вносят поправку по ГОСТ ISO 2173 (пункт 8.1.2).

8.4 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение $X_{\text{ср}}$, %, результатов двух параллельных измерений, относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости, т. е. при выполнении условия

$$2 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} \leq 0,01 \cdot r_{\text{отн}}, \quad (4)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений, %;

0,01 — коэффициент пересчета от процентов к абсолютным величинам;

$r_{\text{отн}}$ — значение предела повторяемости (см. таблицу 2), %.

При невыполнении этого условия получают результаты еще двух параллельных измерений и окончательный результат устанавливают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

Таблица 2 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности измерений

| Вид соковой продукции | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения результатов двух параллельных измерений при $P = 0,95$) $r_{\text{отн}} \%$ | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения результатов измерений, полученных в двух лабораториях при $P = 0,95$) $R_{\text{отн}} \%$ | Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta, \%$ |
|--|---|---|---|
| Фруктовое и (или) овощное пюре, клетки цитрусовых фруктов | 0,4 | 2,3 | 1,7 |
| Концентрированное фруктовое и (или) овощное пюре | 1,1 | 2,7 | 1,9 |
| Томатный сок | 0,2 | 1,7 | 1,2 |
| Фруктовые и (или) овощные соки (кроме томатного), нектары, сокосодержащие напитки, морсы, концентрированные соки (кроме лимонного и лайма) и морсы | 0,2 | 0,6 | 0,4 |
| Концентрированный сок лимона и лайма | 0,2 | 0,9 | 0,7 |

Примечание — Показатели точности метода были установлены по результатам межлабораторных испытаний (межлабораторного эксперимента), проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2 (раздел 5) с участием семи лабораторий.

8.5 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием метода измерения и настоящего стандарта.

Результат измерений, округленный до первого десятичного знака, представляют в виде

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95, \quad (5)$$

где $X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, %;

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения содержания растворимых сухих веществ, %, вычисленные по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{\text{ср}}, \quad (6)$$

где δ — значение границы относительной погрешности (см. таблицу 2), %.

8.6 Относительное расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$

$$2 \cdot \frac{|X_{1\text{ср}} - X_{2\text{ср}}|}{X_{1\text{ср}} + X_{2\text{ср}}} \leq 0,01 \cdot CD_{0,95}, \quad (7)$$

где $X_{1\text{ср}}$ и $X_{2\text{ср}}$ — результаты измерений, полученные в первой и второй лабораториях соответственно, %;

0,01 — коэффициент пересчета от процентов к абсолютным величинам;

$CD_{0,95}$ — критическая разность (относительное значение), %.

Значение $CD_{0,95}$ вычисляют с использованием пределов повторяемости ($r_{\text{отн.}}, \%$) и воспроизводимости ($R_{\text{отн.}}, \%$) (см. таблицу 2) по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R_{\text{отн.}}^2 - r_{\text{отн.}}^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2 \cdot n_1} - \frac{1}{2 \cdot n_2}\right)}. \quad (8)$$

где n_1 и n_2 — число параллельных измерений, выполненных в первой и второй лабораториях соответственно.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия рекомендуется провести мероприятия, предусмотренные ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3 и 5.3.4).

9 Контроль качества результатов измерений

9.1 Контроль качества результатов измерений осуществляют путем проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости (см. 8.4), путем поверки и калибровки применяемых средств измерений, а также по воспроизводимости результатов измерений (см. 8.6).

9.2 Контроль стабильности результатов измерений осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 6.2.2, 6.2.3), используя методы контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности с применением контрольных карт Шухарта.

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

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования.

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

10.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное образование, опыт работы с оборудованием и владеющие данным методом.

Приложение А
(обязательное)

Температурные поправки при рефрактометрических измерениях

А.1 Температурные поправки при рефрактометрических измерениях при температуре, отличающейся от температуры $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

| Temperatura, °C | Массовая доля растворимых сухих веществ, % | | | | | | | | | |
|---|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 5 | 10 | 15 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 75 |
| Из показаний рефрактометра следует вычесть: | | | | | | | | | | |
| 15 | 0,25 | 0,27 | 0,31 | 0,31 | 0,34 | 0,35 | 0,36 | 0,37 | 0,36 | 0,36 |
| 16 | 0,21 | 0,23 | 0,27 | 0,27 | 0,29 | 0,31 | 0,31 | 0,32 | 0,31 | 0,23 |
| 17 | 0,16 | 0,18 | 0,20 | 0,20 | 0,22 | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,20 | 0,17 |
| 18 | 0,11 | 0,12 | 0,14 | 0,15 | 0,16 | 0,16 | 0,15 | 0,12 | 0,12 | 0,09 |
| 19 | 0,06 | 0,07 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,09 | 0,09 | 0,08 | 0,07 | 0,05 |
| К показаниям рефрактометра следует прибавить: | | | | | | | | | | |
| 21 | 0,06 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 |
| 22 | 0,12 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 |
| 23 | 0,18 | 0,20 | 0,20 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,22 | 0,22 | 0,22 |
| 24 | 0,24 | 0,26 | 0,26 | 0,27 | 0,28 | 0,28 | 0,28 | 0,28 | 0,29 | 0,29 |
| 25 | 0,30 | 0,32 | 0,32 | 0,34 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,36 | 0,37 |

Значение температуры округляют до целых значений. Поправки для промежуточных значений массовой доли растворимых сухих веществ находят путем линейной интерполяции.

Библиография

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

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080.01,
67.160.20

Ключевые слова: соковая продукция, растворимые сухие вещества, градус Брикса, рефрактометрический метод

Редактор Ю.А. Растворгусева
Технический редактор И.Е. Черепкова
Корректор Л.С. Лысенко
Компьютерная верстка А.А. Ворониной

Сдано в набор 03.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлена 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru