

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

**Гравиметрический метод определения
массовой доли общих сухих веществ
по убыли массы при высушивании**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК93 «Продукты переработки плодов и овощей»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 592-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 12145:1996 «Соки фруктовые и овощные. Определение общих сухих веществ. Гравиметрический метод, основанный на установлении потери массы пробы при ее высушивании»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Гравиметрический метод определения массовой доли общих сухих веществ по убыли массы при высушивании

Fruit and vegetable juices.

Gravimetric method for determination of total dry matter by determining loss of mass on drying

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли общих сухих веществ по убыли массы пробы при высушивании; диапазон определения массовой доли общих сухих веществ — от 2 % до 25 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 8984—75 Силикагель-индикатор. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

ГОСТ Р 51431—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

3 Сущность метода

Метод определения потерь массы при высушивании состоит в смешивании пробы продукта с кизельгуром или другим подобным ему материалом, предварительном подсушивании полученной смеси и окончательном высушивании в течение 2 ч в вакуумном шкафу при температуре $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и давлении около 6,6 кПа.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г не ниже 2-го класса точности.

Шкаф сушильный лабораторный с принудительной вентиляцией, с устройством автоматического регулирования температуры с точностью $\pm 3 ^\circ\text{C}$ в диапазоне от 70 до 120 $^\circ\text{C}$ и с термометром; конструкция шкафа должна обеспечивать достаточную сменяемость воздуха.

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО.

Шкаф сушильный вакуумный, обеспечивающий вакуумметрическое давление до 5 кПа, с автоматическим регулированием температуры с точностью ± 2 °С в диапазоне от 50 до 100 °С, с термометром и вакуумметром; конструкция шкафа должна обеспечивать разность температур между двумя любыми точками в объеме рабочей камеры не более 1 °С.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498 с пределами допускаемых погрешностей не более ± 1 °С для диапазона измеряемых температур от 0 до 100 °С и ± 3 °С для диапазона измеряемых температур от 100 до 200 °С.

Оборудование для высушивания воздуха, подключаемое к трубке для забора воздуха вакуумного шкафа, в состав которого входят соединенные последовательно:

- колонка, заполненная свежесушеным силикагелем-индикатором (или другим подобным материалом);

- склянки для промывания газов по ГОСТ 25336: пустая склянка, затем склянка с концентрированной серной кислотой и пустая склянка.

Баня водяная.

Чашка из коррозионностойкого металла с плоским дном и плотно закрывающейся крышкой диаметром около 100 мм и высотой не менее 30 мм.

Стеклянная палочка длиной, достаточной для того, чтобы доставать до дна металлической чашки.

Эксикатор по ГОСТ 25336 исполнения 2 со свежесушеным силикагелем-индикатором (или эквивалентным осушающим средством).

Кизельгур или подобный ему материал.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696 не ниже третьей категории.

Допускается использование средств измерений, лабораторного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

5.2 Подготовка проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Определяют относительную плотность разбавленного продукта по ГОСТ Р 51431 и ее значение указывают в протоколе.

Перед взятием навески проба должна быть тщательно перемешана.

6 Проведение испытаний

Проводят два параллельных определения.

6.1 Стадия предварительного подсушивания

В металлической чашке взвешивают примерно 1,5 г кизельгура. Чашку и ее крышку, находящуюся отдельно, помещают в сушильный шкаф и сушат их при температуре (110 ± 3) °С в течение не менее 4 ч. Затем чашку закрывают крышкой, помещают в эксикатор и после остывания до комнатной температуры взвешивают, определяя значение массы с точностью до четвертого десятичного знака (m_2).

В эту же чашку берут навеску исследуемого продукта массой примерно 15 г, определяя массу с точностью до четвертого десятичного знака (m_0). Делают это быстро во избежание каких-либо потерь влаги вследствие испарения.

Стеклянной палочкой перемешивают кизельгур, размещая содержимое чашки равномерно по ее дну; при необходимости разбавляют содержимое чашки небольшим количеством воды; стеклянную палочку обмывают водой.

Подготовленную таким образом пробу подвергают предварительному подсушиванию, которое может осуществляться одним из следующих способов:

- нагревание на водяной бане;

- сушка в сушильном шкафу с принудительной вентиляцией при 70 °С;

- сушка в вакуумном сушильном шкафу при 70 °С и давлении, сниженном примерно до 41,3 кПа.

6.2 Стадия окончательного высушивания

Предварительно подсушенный (по 6.1) образец помещают в вакуумный сушильный шкаф, снижают давление приблизительно до 6,6 кПа и сушат образец в течение 2 ч при температуре (70 ± 2) °С. Затем открывают пробку, обеспечивающую вакуум в шкафу, и впускают сухой воздух до тех пор, пока не будет достигнуто давление, равное атмосферному.

Закрывают чашку крышкой и помещают в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры.

Взвешивают чашку с крышкой и содержимым (m_1), определяя значение массы с точностью до четвертого десятичного знака.

7 Обработка и оформление результатов

Массовую долю общих сухих веществ T_s , %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса чашки с кизельгуром, крышки и сухого остатка пробы, г;

m_2 — масса чашки с кизельгуром и крышки, г;

m_0 — первоначальная масса пробы, г.

Значение массовой доли общих сухих веществ должно представлять собой число с двумя десятичными знаками.

Абсолютное расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы продукта одним оператором с использованием одного и того же оборудования за возможно минимальный интервал времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости, равного 0,2 % (при $P = 0,95$). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, полученными для одной и той же пробы продукта в двух различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, равного 0,6 % ($P = 0,95$).

Пределы абсолютной погрешности определения массовой доли общих сухих веществ при соблюдении всех условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают $\pm 0,4$ % ($P = 0,95$).

В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);
- ссылку на настоящий стандарт;
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для испытаний;
- дату проведения испытаний;
- результат испытаний с указанием погрешности и единицы измерения;
- соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат.

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, напитки, сухие вещества, определение, гравиметрический анализ, убыль массы при сушке
