ГОСТ 27494—87

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МУКА И ОТРУБИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЬНОСТИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МУКА И ОТРУБИ

Методы определения зольности

ГОСТ 27494—87

Flour and bran. Methods for determination of ash content

МКС 67.060
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт распространяется на муку и отруби и устанавливает методы определения зольности.

Сущность методов заключается в сжигании муки и отрубей с последующим определением массы несгораемого остатка.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 27668.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,1 и ±0,0002 г.

Печь муфельная.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Пластинки стеклянные размером 20 × 20 см.

Пипетка исполнения 1, 1-го класса точности, вместимостью 2 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Часы сигнальные.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНС по ГОСТ 12026.

Воронка стеклянная диаметром 56 мм по ГОСТ 25336.

Совочек плоский.

Подставка фарфоровая или металлическая.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Стержень металлический.

Колба мерная типа Кн исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,2 $г/см^3$.

Спиртовой раствор уксуснокислого магния, приготовленный следующим образом: 1,61 г уксуснокислого магния растворяют в 100 $см^3$ 96 %-ного чистого этилового спирта по ГОСТ 5962*. В полученный раствор прибавляют 1—2 кристаллика йода по ГОСТ 4159, после растворения которых раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Спиртовой раствор уксуснокислого магния должен храниться в стеклянной посуде с притертой пробкой в сухом, прохладном и темном месте.

Примечание. Допускается использовать другие средства измерений, имеющие аналогичные метрологические характеристики.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Из пробы, предназначенной для испытания, выделяют 20—30 г продукта, переносят на стеклянную пластинку и двумя плоскими совочками смешивают. Затем продукт разравнивают, придавливают другим стеклом такого же размера с тем, чтобы продукт распределился ровным слоем толщиной 3—4 мм.

Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест две навески каждая для муки массой 1,5—2,0 г и 1—1,5 г каждая для отрубей в два предварительно прокаленных до постоянной массы и охлажденных в эксикаторе тигля.

3.2. Для пересчета на сухое вещество определяют влажность муки и отрубей по ГОСТ 9404.

3.3. Метод озоления муки и отрубей без применения ускорителя (основной метод)

Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400—500 °С (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу, затем муфельную печь нагревают до 600—900 °С (ярко-красное каление).

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают, затем вторично прокаливают не менее 20 мин. Озоление считают законченным, если масса тиглей с золой после повторного взвешивания изменилась не более чем на 0,0002 г; если масса тиглей с золой уменьшилась более чем на 0,0002 г, прокаливание повторяют. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания берут меньшее значение массы.

3.4. Методы озоления муки и отрубей с применением ускорителей

3.4.1. *Озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния*

Ускоритель, приготовленный как указано в разд. 2, должен быть проверен. Для этого в два чистых и прокаленных до постоянной массы тигля наливают пипеткой 3 $см^3$ ускорителя и зажигают его. После сгорания ускорителя тигли ставят в муфельную печь и прокаливают 20 мин, затем тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разнице между массой тиглей после прокаливания с ускорителем и массой чистых тиглей устанавливают массу золы ускорителя.

В каждый взвешенный тигель с навеской прибавляют пипеткой 3 $см^3$ спиртового раствора уксуснокислого магния.

По истечении 1—2 мин, после того как вся навеска пропиталась ускорителем, тигли помещают на металлическую или фарфоровую подставку непосредственно в вытяжном шкафу и поджигают содержимое тиглей горящей ватой, предварительно смоченной спиртом и надетой на металлический стержень.

После выгорания ускорителя тигли переносят на откидную дверцу муфеля, нагретого до 600—900 °С (ярко-красное каление), или помещают у дверцы муфельной печи, затем постепенно задвигают тигли в муфель. Прокаливание ведут примерно в течение 1 ч до полного исчезновения черных частиц.

После окончания озоления тигли охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают.

3.4.2. *Озоление с азотной кислотой*

Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400—500 °С (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки.

После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу. Озоление ведут до превращения содержимого тиглей в рыхлую массу серого цвета. После этого тигли охлаждают на воздухе до комнатной температуры и содержимое их смачивают двумя-тремя каплями азотной кислоты. Тигли помещают у дверцы (или на дверцу, если она откидывается) муфельной печи и осторожно, не допуская кипения, выпаривают кислоту досуха, после чего тигли ставят вглубь муфельной печи, нагретой до 600—900 °С (ярко-красное каление), закрывают дверцу и ведут озоление в течение 20—30 мин.

Если после озоления на дне тигля не видно темных точек, озоление считают законченным. В противном случае озоление продолжают до полного сгорания.

После окончания озоления тигли охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Зольность (X) в процентах каждой навески муки и отрубей в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_з \cdot 100 \cdot 100}{m_н (100 - W)},$$

где $m_з$ — масса золы, г;

$m_н$ — масса навески муки и отрубей, г;

W — влажность муки и отрубей, %.

4.2. При озолении с уксуснокислым магнием зольность (X) в процентах каждой навески муки и отрубей в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_з - m_у) \cdot 100 \cdot 100}{m_н (100 - W)},$$

где $m_з$ — общая масса золы, г;

$m_у$ — масса золы ускорителя, г;

$m_н$ — масса навески муки и отрубей, г;

W — влажность муки и отрубей, %.

4.3. При озолении с азотной кислотой зольность (X) вычисляют по п. 4.1.

4.4. Вычисления проводят до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,025 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Округление результатов испытаний проводят следующим образом: если первая из отбрасываемых цифр меньше пяти, то последнюю сохраняемую цифру не меняют; если же первая из отбрасываемых цифр больше или равна пяти, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу.

4.6. Результаты определения зольности проставляют в документах о качестве муки и отрубей с точностью до второго десятичного знака.

4.7. Контрольные определения зольности проводят методом озоления без применения ускорителя.

4.8. При контрольных определениях зольности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным (среднеарифметическим результатом двух параллельных определений) определениями не должно превышать 0,05 %.

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемого значения; если расхождение превышает допускаемое значение, за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством хлебопродуктов СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   К.А. Чурусов, канд. техн. наук (руководитель темы); **А.М. Каменецкая,** канд. техн. наук; **Л.Г. Приезжева,** канд. биол. наук; **А.Ф. Шухнов,** канд. техн. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.12.87 № 4336**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9404—60 в части пп. 67—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4159—79	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5556—81	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27668—88	1
ГОСТ 29227—91	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1989 г. (ИУС 1—90)**

gost.e-ecolog.ru