ГОСТ Р 51403—99
(ИСО 5529—92)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПШЕНИЦА

Определение показателя седиментации по методу Зелени

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна и продуктов его переработки (ГНУ ВНИИЗ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 2 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16 декабря 1999 г. № 549—ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ИСО 5529: 1992 «Пшеница. Определение показателя осаждения. Метод Зелени», кроме разделов 2, 5, 6, 8 и приложений А, Б.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2006 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартинформ, 2006

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПШЕНИЦА

Определение показателя седиментации по методу Зелени

Wheat.
Determination of sedimentation index. Zeleny test

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод, известный как «седиментационный анализ по Зелени», применяемый для оценки одного из показателей, определяющих качество пшеницы с точки зрения хлебопекарной силы муки, которую можно получить из этого зерна.

Метод применим только к мягкой пшенице (Triticum aestivum).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 490—79 Кислота молочная пищевая. Технические условия

ГОСТ 4403—91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29143—91 (ИСО 712—85) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950—79) Зерновые. Отбор проб зерна

ГОСТ Р 51411—99 (ИСО 2171—93) Зерно и продукты его переработки. Определение зольности (общей золы)

ИСО 565—90 Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий[1)]

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

показатель седиментации: Число, показывающее выраженный в кубических сантиметрах объем осадка, полученного при определенных условиях из суспензии испытываемой муки, выработанной из пшеницы, в растворе молочной кислоты.

[1)] Стандарт будет переработан в ГОСТ Р на основе прямого применения. Перевод стандарта имеется в Федеральном фонде стандартов.

4 Сущность метода

Готовится суспензия испытываемой муки, полученной из пшеницы при установленных условиях размола и просеивания, в растворе молочной кислоты в присутствии бромфенолового голубого.

После встряхивания суспензии в течение установленного периода времени в установленных условиях и отстаивания определяют объем осадка, образующегося при осаждении частиц муки.

5 Реактивы

Применяют только реактивы квалификации чистый для анализа, ч.д.а., если не установлено другое.

Используют только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты, содержащую менее 2 мг/кг минеральных веществ.

5.1 Реактив для седиментационного анализа

5.1.1 Раствор молочной кислоты

Готовят концентрированный 85 %-ный (по объему) раствор молочной кислоты по ГОСТ 490, содержащий не более 40 мг/кг минеральных веществ.

250 $см^3$ этого концентрированного раствора разбавляют водой до 1000 $см^3$. Разбавленный раствор кипятят с обратным холодильником в течение 6 ч.

Примечание — Концентрированная молочная кислота содержит связанные молекулы, которые при разбавлении медленно диссоциируют до определенного равновесия. Кипячение ускоряет процесс диссоциации, который важен для получения воспроизводимых величин показателя седиментации.

Аликвоту этого раствора титруют раствором гидроокиси калия (на титрование 5 $см^3$ раствора молочной кислоты должно пойти около 28 $см^3$ раствора гидроокиси калия по ГОСТ 24363 концентрации 0,5 моль/$дм^3$).

Это обеспечит концентрацию раствора между 2,7 и 2,8 моль/$дм^3$.

5.1.2 Подготовка реактивов для испытаний

Тщательно смешивают 180 $см^3$ раствора молочной кислоты (5.1.1) с 200 $см^3$ изопропилового спирта по ГОСТ 9805 концентрации от 99 до 100 % (по объему), содержащего минеральных веществ не более 40 мг/кг, и доводят объем водой до 1000 $см^3$.

Реактив хранят в посуде с притертой пробкой и используют не менее чем через 48 ч.

5.2 Раствор бромфенолового голубого

Растворяют 4 мг бромфенолового голубого по НД [1] в 1000 $см^3$ воды.

6 Аппаратура

Используют следующую лабораторную аппаратуру.

6.1 Мельница лабораторная соответствующего типа[1)] (см. приложение А).

6.2 Сито тканое металлическое проволочное[2)], соответствующее ИСО 565, с номинальным размером отверстия 150 мкм, диаметром 200 мм, перемещающееся с помощью автоматического вибрационного устройства с эксцентриситетом 50 мм и частотой колебаний 200 $мин^{-1}$, или сито N49/52 ПА из полиамидной ткани по ГОСТ 4403 с номинальным размером отверстия 150 мкм, диаметром 200 мм.

6.3 Сито штампованное плоское металлическое с продолговатыми отверстиями шириной 1 мм.

6.4 Цилиндры с плоским дном, вместимостью 100 $см^3$ градуированные в кубических сантиметрах, расстоянием 180—185 мм между дном и отметкой 100 $см^3$ и снабженные пластмассовыми или стеклянными пробками.

6.5 Устройство для встряхивания цилиндра, оборудованное реле времени, с частотой встряхивания 40 $мин^{-1}$; в каждом цикле поворот на 60° (30° ниже и выше горизонтали).

6.6 Пипетки с одной отметкой вместимостью 25 и 50 $см^3$, соответствующие ГОСТ 29169, или автоматическое раздаточное устройство, производящее слив в течение 10—15 с.

[1)] В настоящее время подходящими считаются мельницы: Миаг—Гросшротмюле; Брабендер—Седимат; Стренд—Рол, модель СРМ; Штраубе, модель В1; Таг—Хеппенстел, а также мельницы лабораторные отечественного производства типа Л3М или др., обеспечивающие требуемую крупность размола зерна.

[2)] Используют мельницу Брабендер—Седимат со встроенным просеивающим устройством (см. А.3).

6.7 Секундомер.

6.8 Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,01 г.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования и лабораторной посуды, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

7 Отбор проб

Необходимо, чтобы в лабораторию поступали представительные образцы, не поврежденные при транспортировании или хранении.

Отбор проб — по ГОСТ Р 50436.

8 Подготовка навески и проведение анализа

8.1 Влажность зерна

Если влажность зерна не известна, то ее определяют по ГОСТ 29143.

Если определенная влажность зерна не находится в пределах от 14,5 до 15,0 % (по массе), необходимо уменьшить или увеличить ее путем сушки зерна при комнатной температуре или поместить его в условия с высокой относительной влажностью воздуха.

8.2 Зольность испытуемой муки

Зольность испытуемой муки определяют методом прокаливания при 900 °С, как установлено ГОСТ Р 51411. Содержание золы не должно превышать 0,6 % в пересчете на сухое вещество муки. Если это условие не выполняется, то нельзя получить точные результаты определения показателя седиментации.

8.3 Подготовка пробы

Берут пробу зерна массой 50, 100, 150 или 200 г в соответствии с типом мельницы (6.1), используемой для измельчения (см. приложение А).

Выделяют из зерна все примеси, удалив крупные частицы вручную, а более мелкие частицы удаляют просеиванием на штампованном плоском металлическом сите (6.3).

Измельчают зерно и просеивают измельченный продукт, как описано в приложении А.

После просеивания тщательно перемешивают всю полученную для испытания муку, масса которой должна составлять, по крайней мере 10—20 % массы пробы, взятой для измельчения.

8.4 Анализируемая навеска

Взвешивают 3,2 г испытуемой муки (8.3) с точностью до 0,05 г.

Примечание — Если есть какое-либо основание думать, что влажность испытуемой муки вне пределов 13—15 % (по массе), то определяют ее значение в соответствии с требованиями ГОСТ 29143, затем взвешивают анализируемую навеску муки в количестве (3,2 ± 0,05) г при влажности 14 % (по массе), то есть (2,75 ± 0,04) г на сухое вещество.

8.5 Проведение анализа

8.5.1 Процедуры по определению седиментации, описанные в 8.5.2—8.5.6, проводят дважды на отдельных навесках, взятых из одной и той же испытуемой пробы муки.

8.5.2 Операции, описанные в 8.5.3—8.5.6, необходимо выполнять при обычных условиях освещения, без попадания прямых солнечных лучей.

Время, необходимое для внесения каждого реактива в цилиндр (см. 8.5.3 и 8.5.4), не должно превышать 15 с.

8.5.3 Навеску (8.4) помещают в градуированный цилиндр (6.4). Добавляют 50 $см^3$ раствора бромфенолового голубого. Закрывают цилиндр пробкой и, сохраняя его в горизонтальном положении, подвергают колебаниям справа налево, с амплитудой приблизительно 18 см, по 12 раз в каждом направлении в течение приблизительно 5 с.

8.5.4 Цилиндр помещают на встряхивающее устройство (6.5), включают секундомер (6.7) и устройство. Через 5 мин цилиндр снимают со встряхивающего устройства и добавляют к его содержимому 25 $см^3$ реактива для седиментационного анализа (5.1).

Снова помещают цилиндр на встряхивающее устройство и продолжают встряхивание в течение 5 мин.

8.5.5 После 10 мин общего встряхивания снимают цилиндр со встряхивающего устройства и устанавливают его в вертикальное положение.

8.5.6 Оставляют содержимое цилиндра в покое на 5 мин, а затем измеряют объем осадка с точностью до 0,5 $см^3$.

9 Обработка результатов анализа

Объем осадка в кубических сантиметрах, измеренный в соответствии с требованиями (8.5.6), есть показатель седиментации.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений (8.5.1), при условии, что расхождение между ними не превышает 2 единицы. Если разница превышает 2 единицы, результаты этих двух определений не принимаются и операции по 8.4 и 8.5 повторяют.

Результаты анализа записывают целыми числами.

10 Допустимая погрешность анализа

10.1 Сходимость

Абсолютная разница между результатами двух независимых определений, полученных с использованием одного и того же метода, на одинаковых пробах в одной и той же лаборатории, одним и тем же лаборантом, использующим одну и ту же аппаратуру в течение короткого времени, не должна превышать две единицы.

10.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами двух определений, полученных с использованием одного и того же метода, на одинаковых пробах в различных лабораториях, разными лаборантами с использованием различной аппаратуры, не должна превышать:

2 единицы (абсолютное значение) для показателя седиментации менее 20 единиц;

10 % (относительное значение) от среднего значения для показателя седиментации более 20 единиц.

11 Отчет об анализе

В отчете об анализе необходимо указать:

- метод, в соответствии с которым проводился отбор проб (если это известно);
- тип использованной мельницы;
- метод испытаний;
- полученный результат (результаты) определения;
- если проводилась проверка сходимости, то полученный итоговый результат.

Следует указать все особенности проводимых операций, не установленные настоящим стандартом, или рассматриваемые как необязательные, а также данные о каких-либо отклонениях, которые могли повлиять на результат.

Отчет об анализе должен включать всю информацию, необходимую для идентификации проб.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Измельчение и просеивание пробы

А.1 Общие замечания

Пробы зерна, соответствующие условиям от А.2 до А.7, свободные от примесей, измельчают в соответствии с условиями, зависящими от типа мельницы.

А.2 Мельница Миаг-Гросшротмюле

Масса пробы: 100 г

Выполняют первое измельчение с зазором между валками 1 мм и частотой вращения валков около 30 $мин^{-1}$.

Повторно измельчают продукт, полученный после первого измельчения, но с зазором между валками 0,1 мм, затем повторяют эту операцию при этом же положении валков еще три раза.

Используя сито (6.2) с номинальным размером отверстий 150 мкм, просеивают продукт, полученный после этих пяти последовательных измельчений, в течение 5 мин.

А.3 Мельница Брабендер-Седимат

Масса пробы: 100 г.

Включают реле времени мельницы на 3 мин.

Выполняют измельчение с зазором между питающим валком и первым измельчающим валком, равным 1 мм, и с зазором между другими измельчающими валками, равным 0,5 мм, с частотой вращения валков около 1000 $мин^{-1}$.

Примечания

1 В мельнице Брабендер-Седимат зазоры между жерновами и скорость не регулируются. Указанные выше данные приведены с целью гарантии, что жернова не являются сильно изношенными и что мотор работает с нормальной скоростью.

2 Продукт измельчения сразу же направляют на рассевок.

Если масса измельченного продукта менее 10 г, продолжают просеивание до получения этого количества.

А.4 Мельница Таг-Хеппенстел

Масса пробы: 200 г.

Выполняют первое измельчение с зазором между валками 0,6 мм и частотой вращения валков около 30 $мин^{-1}$.

Повторно измельчают продукт, полученный после первого измельчения при том же зазоре между валками, затем повторяют эту операцию при том же положении валков еще три раза.

Используя сито (6.2) с номинальным размером отверстий 150 мкм, просеивают продукт, полученный после пяти последовательных измельчений в течение 1,5 мин.

А.5 Мельница Стренд-Рол, модель СРМ

Масса пробы: 150 г

Выполняют первое измельчение с зазором между валками 0,8 мм с частотой вращения валков около 30 $мин^{-1}$.

Повторно измельчают продукт, полученный после первого измельчения, при том же зазоре между валками, затем повторяют эту операцию при том же положении валков еще три раза.

Используя сито (6.2) с номинальным размером отверстий 150 мкм, просеивают продукт, полученный после этих пяти последовательных измельчений в течение 1,5 мин.

А.6 Мельница Штраубе, модель В.1

Масса пробы: 150 г.

Выполняют первое измельчение, как указано в А.5, затем выполняют пять повторных измельчений с зазором между валками 1,10 мм, с частотой вращения валков 60 $мин^{-1}$.

А.7 Мельницы лабораторные отечественного производства типа ЛЗМ

Масса пробы: 50 г.

Продолжительность измельчения 1,5—2 мин.

Используя сито (6.2) с номинальным размером отверстий 150 мкм, просеивают продукт, полученный при размоле зерна в течение 3 мин.

А.8 Очистка аппаратуры

Между последовательными операциями измельчения и просеивания различных проб пшеницы мельницы и сита должны быть тщательно очищены.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—3719—83 Бромфеноловый синий водорастворимый. Технические условия

УДК 633.11.001.4:006.354 ОКС 67.060 С19 ОКСТУ 9709

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты растениеводства, хлебные злаки, пшеница, химический анализ, определение, показатель седиментации, объемный анализ

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 26.09.2006. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70. Тираж 63 экз. Зак. 691. С 3314.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru э@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062, Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru