ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55802— 2013

КРАХМАЛ

Методы определения влаги

(ISO 1666:1996, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом крахмалопродуктов Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИ крахмалопродуктов Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 250 «Крахмалопродукты и картофелепродукты»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1624-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения (в части инструментальной оценки показателя массовой доли влаги фосфатного крахмала) международного стандарта ИСО 1666:1996 Крахмал. Определение содержания влаги. Метод с применением сушильного шкафа («Starch — Determination of moisture content — Oven-drying method», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КРАХМАЛ

Методы определения влаги

Starch. Methods of determination of moisture content

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на крахмал и устанавливает методы определения влаги, основанные на высушивании анализируемой пробы крахмала при температурах 105 °С и 130 °С.

Диапазон измерения массовой доли влаги в крахмале от 0,5 % до 30,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник. Общие технические условия

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

ГОСТ 32902 Крахмал и крахмалопродукты. Термины и определения

ГОСТ 33444 Крахмал и крахмалопродукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 32902, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля влаги:** Массовая доля веществ, удаленных в результате процесса термической обработки.

Примечание — Массовая доля влаги выражается в процентах.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 33444.

5 Метод определения влаги высушиванием до постоянной массы при температуре 105 °С

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивании пробы крахмала при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы.

5.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха ..... от 40 % до 75 %.

5.3 Средства измерений, оборудование, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

5.3.1 Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ±6 мг по документации изготовителя.

5.3.2 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 20 °С до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

5.3.3 Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С с ценой деления 2 °С по ГОСТ 28498.

5.3.4 Стаканчики стеклянные для взвешивания (бюксы) типа СВ — 19/9 по ГОСТ 25336 или бюксы металлические.

5.3.5 Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с фарфоровой вставкой по ГОСТ 9147.

5.3.6 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450 или другие осушители.

5.3.7 Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

5.3.8 Шпатель по ГОСТ 9147.

5.3.9 Щипцы тигельные.

5.3.10 Вазелин технический смазка ВТВ-1.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования, посуды с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

5.4 Подготовка к анализу

5.4.1 На дно тщательно вымытого и просушенного эксикатора (см. 5.3.5) помещают осушитель (см. 5.3.6). Пришлифованные края эксикатора смазывают тонким слоем вазелина (см. 5.3.10).

5.4.2 Открытый стеклянный стаканчик для взвешивания (бюксу) вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105 ± 2) °С. Выдерживают в течение одного часа. Стаканчик закрывают крышкой перед каждым взвешиванием, помещают для охлаждения в эксикатор и выдерживают перед взвешиванием не менее 30 мин. Взвешивание проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют, пока разница между результатами двух последующих взвешиваний не составит не более 0,001 г.

5.5 Проведение анализа

5.5.1 Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости (ГОСТ Р 5725-1—2002, подраздел 3.14).

5.5.2 В предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную бюксу помещают пробу крахмала массой 3—4 г. Взвешивание проводят с точностью ±0,001 г.

При достижении в сушильном шкафу температуры (105 ± 2) °С открытую бюксу с пробой и крышку помещают в шкаф и сушат в течение 2 ч. Началом сушки считают момент достижения температуры (105 ± 2) °С после внесения бюксы в шкаф.

По истечении 2 ч бюксу вынимают из шкафа, закрывают крышкой и ставят в эксикатор на 30 мин для охлаждения и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

5.5.3 Зафиксировав первое взвешивание, бюксу с пробой помещают в сушильный шкаф на 30 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают. Высушивание пробы повторяют до тех пор, пока результат последнего взвешивания не начнет изменяться в сторону увеличения. Для вычисления берется последний еще убывающий результат взвешивания.

5.5.4 Взвешивание бюксы следует проводить быстро.

Не допускается помещать исходные продукты в сушильный шкаф, где находятся пробы на последней стадии высушивания.

5.6 Обработка результатов

5.6.1 Массовую долю влаги X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса бюксы с крахмалом до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с крахмалом после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли крахмала в проценты;

m — масса бюксы, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

5.6.2 Оформление результатов точности измерений

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли влаги $\overline{X}$, %, если выполняется условие приемлемости при $P = 0,95$.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} \cdot 100 \le r, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — соответственно максимальное и минимальное значения массовой доли влаги в крахмале, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой доли влаги в крахмале, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

r — значение предела повторяемости (сходимости), % (см. таблицу 1).

В случае если абсолютное расхождение между результатами двух параллельных измерений превышает предел повторяемости (сходимости) r, проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Таблица 1

Диапазон измерения массовой доли влаги, %	Предел повторяемости r, %, абс. при P = 95 %	Предел воспроизводимости R, %, абс. при P = 95 %	Показатель точности $\pm\delta$, %, отн. при P = 95 %
0,5—30,0	0,5	1,0	0,7

Условия повторяемости результатов проводят при сравнении результатов двух измерений массовой доли влаги в одной и той же пробе крахмала, выполненных одним и тем же исполнителем на одном и том же оборудовании, в пределах короткого промежутка времени.

5.6.3 Границы абсолютной погрешности результатов измерения Δ, %, при доверительной вероятности P = 0,95 вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \quad \overline{X}, \tag{3}$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух измерений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений (показатель точности), % (см. таблицу 1).

5.6.4 Расхождение между результатами двух определений массовой доли влаги, выполненными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости при P = 0,95.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} \cdot 100 \le R, \tag{4}$$

где X_1 и X_2 — результаты определений, выполненных в двух разных лабораториях, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли влаги в крахмале, выполненных в двух разных лабораториях, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

R — значение предела воспроизводимости, % (см. таблицу 1).

Показатели точности и прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

6 Ускоренный метод определения влаги высушиванием при температуре 130 °С

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивании пробы крахмала при температуре (130 ± 2) °С в течение определенного времени.

6.2 Средства измерений и вспомогательные устройства — по 5.3.

6.3 Подготовка к анализу — по 5.4.

6.4 Проведение анализа

6.4.1 Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости (ГОСТ Р 5725-1—2002, подраздел 3.14).

6.4.2 В предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную бюксу помещают пробу крахмала массой 3—4 г. Взвешивание проводят с точностью ±0,001 г.

При достижении в сушильном шкафу температуры (130 ± 2) °С открытую бюксу с пробой и крышку помещают в шкаф и сушат в течение 40 мин.

Началом сушки считают момент достижения вновь температуры (130 ± 2) °С после внесения бюксы в шкаф. По истечении времени бюксу вынимают из шкафа, закрывают крышкой, ставят в эксикатор на 30 мин для охлаждения и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

6.5 Обработка результатов — по 5.6.

УДК 664.2:006.354 ОКС 67.180.20

Ключевые слова: крахмал, методы определения массовой доли влаги, проведение анализа, обработка результатов

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 17.10.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено 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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru