МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 6647-2— 2015

РИС

Определение содержания амилозы

Часть 2

Рабочие методы

(ISO 6647-2:2007, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

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, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО ВНИИС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 963-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6647-2—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6647-2:2007 «Рис. Определение содержания амилозы. Часть 2. Рабочие методы» («Rice — Determination of amylose content — Part 2: Routine methods», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 4 «Зерновые и бобовые культуры» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 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»

© ISO, 2007 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование и химическая посуда 2
7 Отбор проб 2
8 Проведение испытания 3
8.1 Определение влажности 3
8.2 Подготовка анализируемой пробы 3
8.3 Часть анализируемой пробы и приготовление анализируемого раствора 3
8.4 Приготовление раствора сравнения 3
8.5 Градуировочный график 3
8.6 Проведение испытания 4
9 Обработка результатов 4
10 Прецизионность 4
10.1 Межлабораторные испытания 4
10.2 Повторяемость 4
10.3 Воспроизводимость 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам 10
Библиография 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РИС

Определение содержания амилозы

Часть 2

Рабочие методы

Rice.
Determination of amylose content.
Part 2. Routine methods

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два упрощенных рабочих метода определения массовой доли амилозы в шлифованном, не пропаренном рисе. Главное различие двух методов заключается в процедуре диспергирования, в методе А — используется горячее диспергирование, а в методе В — холодное.

Оба метода применимы к рису с массовой долей амилозы не менее 5%.

Примечание — Настоящие методы описывают упрощенные процедуры подготовки проб, которые часто используются в обычных лабораториях. В методике используются те же реактивы, что и в контрольном методе (ISO 6647-1), однако процедура обезжиривания не проводится. Пробы риса, в которых массовая доля амилозы была определена контрольным методом, используют как стандартные.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 712, Cereals and cereal products. Determination of moisture content. Reference method (Зерновые и продукты из них. Определение содержания влаги. Контрольный метод)

ISO 6647-1, Rice. Determination of amylose content. Part 1: Reference method (Рис. Определение содержания амилозы. Часть 1. Контрольный метод)

ISO 7301, Rice. Specification (Рис. Технические условия)

ISO 8466-1, Water quality. Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics. Part 1. Statistical evaluation of the linear calibration function (Качество воды. Калибрование и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины и определения в соответствии с ISO 6647-1 и ISO 7301.

4 Сущность метода

Рис размалывают в муку тонкого помола, что способствует полному диспергированию и желатинизации. Часть анализируемой пробы диспергируют в растворе гидроксида натрия, после чего

Издание официальное

добавляют раствор йода. Далее на спектрофотометре определяют оптическую плотность сформированного цветного комплекса при длине волны 720 нм.

Допускается также проводить измерение при длине волны 620 нм или 680 нм.

Массовую долю амилозы в пробе определяют по градуировочному графику, который строят с использованием проб риса с известной массовой долей амилозы (стандартные пробы), определенной с использованием контрольного метода, описанного в ISO 6647-1.

Стандартные пробы риса используют с целью устранения влияния жира на цветную реакцию без обезжиривания анализируемых и стандартных проб.

Анализируемые и стандартные пробы должны быть тщательно размолоты в целях минимизации влияния жиров.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты, если не установлено иное, и только дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Этанол объемной долей 95%.

5.2 Гидроксид натрия

5.2.1 Раствор для метода А концентрацией 1 моль/дм^3.

5.2.2 Раствор для метода В концентрацией 2 моль/дм^3.

5.3 Гидроксид натрия

5.3.1 Раствор для метода А концентрацией 0,09 моль/дм^3.

5.3.2 Раствор для метода В концентрацией 0.18 моль/ дм^3.

5.4 Уксусная кислота, раствор концентрацией 1 моль/ дм^3.

5.5 Раствор йода

Взвешивают (6.8) с точностью до 5 мг 2,000 г йодида калия в бюксе с крышкой. Добавляют количество воды, достаточное для образования насыщенного раствора. Добавляют 0,200 г йода, взвешенного с точностью до 1 мг. Когда весь йод растворится, раствор количественно переносят в мерную колбу на 100 см^3 (6.4), доводят объем до метки водой и перемешивают.

Свежий раствор готовят в день использования и хранят в защищенном от света месте.

6 Оборудование и химическая посуда

Используют следующее лабораторное оборудование.

6.1 Измельчитель, способный измельчать сырой шлифованный рис в муку, проходящую через сито с размером отверстий 150—180 мкм (100—80 меш). Рекомендуется мельница-циклон с 0,5-миллиметровым экраном.

6.2 Сито, размер отверстий 150—180 мкм (100—80 меш).

6.3 Спектрофотометр, с кюветами, с длиной оптического пути 1 см, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны 720 нм (или 620 нм, или 680 нм).

6.4 Мерные колбы вместимостью 100 см^3.

6.5 Водяная баня, только для метода А.

6.6 Магнитная мешалка, способная поддерживать скорость вращения 950—1000 об/мин, только для метода В.

6.7 Конические колбы вместимостью 100 см^3.

6.8 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,0001 г.

6.9 Пипетки вместимостью 1 см^3, 2 см^3, 5 см^3 и 10 см^3.

7 Отбор проб

В лабораторию доставляют представительную пробу, которая не была повреждена или изменена в процессе транспортирования и хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного настоящим стандартом. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [3].

8 Проведение испытания

8.1 Определение влажности

На отдельной части лабораторной пробы и стандартных проб проводят определение влажности в соответствии с ISO 712.

8.2 Подготовка анализируемой пробы

В измельчителе (6.1) размалывают не менее 10 г шлифованного риса до прохода через сито (6.2).

8.3 Часть анализируемой пробы и приготовление анализируемого раствора

8.3.1 Взвешивают (6.8) анализируемую пробу (8.2) в количестве (100 ± 0,5) мг и переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (6.7). К взвешенной части анализируемой пробы при помощи пипетки осторожно добавляют 1 $см^3$ этанола (5.1), смывая остатки пробы, приставшие к стенкам колбы. Слегка взбалтывают, добиваясь увлажнения всего количества пробы.

8.3.2 Метод А

Отбирают пипеткой (6.9) 9 $см^3$ раствора гидроксида натрия (5.2.1) в коническую колбу с взвешенной частью анализируемой пробы и перемешивают. Затем нагревают смесь на кипящей водяной бане (6.5) в течение 10 мин, чтобы произошло диспергирование крахмала. Дают остыть до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ (6.4). Доводят объем водой до метки и энергично перемешивают.

8.3.3 Метод В

Отбирают пипеткой (6.9) 9 $см^3$ раствора гидроксида натрия (5.2.2) в коническую колбу с взвешенной частью анализируемой пробы и перемешивают. Перемешивают смесь с использованием магнитной мешалки (6.6) в течение 10 мин для достижения диспергирования. Удаляют мешалку и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (6.4). Доводят объем водой до метки и энергично перемешивают.

Рекомендуется создать вихревое движение жидкости в мерной колбе перед добавлением воды и после доведения объема до метки.

8.4 Приготовление раствора сравнения

Раствор сравнения готовят таким же образом, как и для определения амилозы, используя аналогичные процедуры и реактивы аналогичного качества, используя вместо анализируемого раствора 5 $см^3$ раствора гидроксида натрия (5.3.1 для метода А и 5.3.2 для метода В).

8.5 Градуировочный график

8.5.1 Приготовление серии градуировочных растворов

Выбирают четыре пробы риса с содержанием массовой доли амилозы в измеряемом диапазоне. Определение количества амилозы в каждой пробе проводят 20 раз, используя контрольный метод по ISO 6647-1.

Градуировочные растворы приготавливают в соответствии с 8.2 и 8.3.

8.5.2 Формирование цвета и спектрофотометрические измерения

Отбирают пипеткой (6.9) 5 $см^3$ градуировочного раствора в серию из пяти мерных колб (6.4), которые содержат по 50 $см^3$ воды. Отбирают пипеткой (6.9) 1 $см^3$ уксусной кислоты (5.4) для метода А или 2 $см^3$ для метода В и перемешивают. Затем отбирают пипеткой (6.9) 2 $см^3$ раствора йода (5.5), доводят объем водой до метки и перемешивают. Дают отстояться 10 мин.

На спектрофотометре (6.3) измеряют оптическую плотность при длине волны 720 нм по отношению к раствору сравнения (8.4).

Допускается проводить измерения при длине волны 620 нм или 680 нм (приложение А).

8.5.3 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят на основе значений оптической плотности по отношению к значениям массовой доли амилозы в процентах, в шлифованном рисе в пересчете на сухое вещество.

Вместо ручных спектрофотометрических измерений может использоваться автоматический анализатор, например проточно-инжекционный анализатор (ISO 6647-1, приложение В).

8.6 Проведение испытания

Отбирают пипеткой (6.9) 5,0 см^3 анализируемого раствора (8.3) в мерную колбу (6.4), содержащую 50 см^3 воды, и действуют в соответствии с 8.5.2 начиная с добавления уксусной кислоты (5.4).

На спектрофотометре (6.3) измеряют оптическую плотность при 720 нм (или 620 нм, или 680 нм, приложение А) по отношению к раствору сравнения (8.4).

Вместо ручных спектрофотометрических измерений, может использоваться автоматический анализатор, например проточно-инжекционный анализатор (ISO 6647-1, приложение В).

Проводят два определения на отдельных частях одной анализируемой пробы.

Если определение дважды было проведено на двух независимо приготовленных пробах (8.2) , это должно быть записано в протоколе испытаний.

9 Обработка результатов

Значение массовой доли амилозы, выраженной в процентах в пересчете на сухое вещество, вычисляется на основе значения оптической плотности (8.6) на градуировочном графике (8.5.3) в соответствии с ISO 8466-1.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

Все результаты анализа получают одним методом (как в случае использования для градуировки растворов амилозы, так и в случае использования анализируемых проб риса в соответствии с ISO 6647-1).

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Подробности международных межлабораторных испытаний на прецизионность метода приведены в приложении А. Значения, полученные по результатам данных испытаний, могут быть неприменимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличающимся от приведенных.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого интервала времени не более чем в 5 % случаев должна превышать предел повторяемости r_{720}, выраженный в процентах по массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$r_{720} = 22{,}47 \cdot \frac{1}{\bar{w}^{0{,}66}}, \quad (1)$$

Для метода В

$$r_{720} = 22{,}47 \cdot \frac{1}{\bar{w}^{0{,}61}}, \quad (2)$$

где $\bar{w}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определений массовой доли, в граммах на 100 г,

720 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами двух единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев должна превышать предел воспроизводимости R_{720}, выраженный в процентах по массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$R_{720} = 50{,}55 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}68}}, \quad (3)$$

Для метода В

$$R_{720} = 83{,}11 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}63}}, \quad (4)$$

где $\overline{w}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определений массовой доли, в граммах на 100 г;

720 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию.

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод анализа (А или В) со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали анализа, не установленные настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, вместе с факторами, которые могут оказать влияние на результат(ы);

e) полученный результат(ы) испытания или, в случае проверки повторяемости, окончательный полученный зарегистрированный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания были организованы *FOSS Analytical AB* (Швеция) в 2004 году, в них принимали участие 23 лаборатории из 11 стран, включая две международные организации. Они проводились на шести пробах риса с различным содержанием амилозы, эти пробы были предоставлены Тайским Институтом Промышленной Стандартизации.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу, который проводил Венгерский Институт Стандартизации, в соответствии с [1] и [2], полученные данные по прецизионности представлены в таблицах А.1—А.6.

А.1 Межлабораторные испытания, проведенные при длине волны 720 нм

Таблица А.1 — Результаты статистической оценки для метода А (горячее диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	21	21	22	22	22	19
Значение массовой доли, г/100 г	10,79	23,73	12,84	25,74	2,28	27,77
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,52	0,67	0,51	0,81	0,30	0,60
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,82	2,84	3,98	3,14	13,06	2,16
Предел повторяемости $r = 2,8\ s_r$, г/100 г	1,46	1,89	1,43	2,27	0,84	1,68
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	1,07	1,54	1,15	1,48	0,66	1,33
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	9,95	6,47	8,93	5,75	28,86	4,80
Предел воспроизводимости $r = 2,8\ s_R$, г/100 г	3,01	4,30	3,21	4,14	1,85	3,73

Таблица А.2 — Результаты статистической оценки для метода В (холодное диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	20	20	18	20	21	20
Значение массовой доли, г/100 г	10,99	23,48	13,35	26,15	1,98	27,89
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,50	0,97	0,53	0,87	0,35	0,99
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,58	4,15	3,95	3,33	17,83	3,54
Предел повторяемости $r = 2,8\ s_r$, г/100 г	1,41	2,73	1,48	2,44	0,99	2,76
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	1,16	1,54	0,85	1,96	1,06	1,44
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	10,55	6,57	6,40	7,50	53,70	5,18
Предел воспроизводимости $r = 2,8\ s_R$, г/100 г	3,25	4,32	2,39	5,49	2,98	4,04

А.2 Межлабораторные испытания при длине волны 680 нм

Таблица А.3 — Результаты статистической оценки для метода А (горячее диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	21	20	21	20	22	18

Окончание таблицы А.3

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Значение массовой доли, г/100 г	11,31	23,71	13,28	25,83	2,38	27,69
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,60	0,68	0,49	0,75	0,29	0,59
Коэффициент вариации повторяемости, %	5,31	2,86	3,70	2,89	12,19	2,13
Предел повторяемости $r = 2,8\ s_r$, г/100 г	1,68	1,90	1,38	2,09	0,81	1,65
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	1,12	1,32	1,17	1,35	0,81	1,25
Коэффициент вариации воспроизводимости , %	9,94	5,58	8,78	5,22	34,11	4,53
Предел воспроизводимости $r = 2,8\ s_R$, г/100 г	3,15	3,70	3,26	3,77	2,27	3,51

Таблица А.4 — Результаты статистической оценки для метода В (холодное диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	18	16	18	18	19	19
Значение массовой доли, г/100 г	11,48	23,66	13,65	26,39	1,97	27,87
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,47	0,52	0,56	0,68	0,37	0,80
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,08	2,22	4,08	2,58	18,95	2,86
Предел повторяемости $r = 2,8\ s_r$, г/100 г	1,31	1,47	1,56	1,91	1,05	2,23
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,92	1,12	0,86	1,44	1,00	1,42
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	8,01	4,72	6,32	5,44	50,69	5,10
Предел воспроизводимости $r = 2,8\ s_R$, г/100 г	2,57	3,13	2,42	4,02	2,80	3,98

А.2.1 Повторяемость методов

Абсолютная разница между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого интервала времени не более чем в 5 % случаев должна превышать предел воспроизводимости r_{680}, выраженный в процентах по массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$r_{680} = 22,39 \cdot \frac{1}{\overline{W}^{0,66}}, \qquad (А.1)$$

Для метода В

$$r_{680} = 30,33 \cdot \frac{1}{\overline{W}^{0,77}}, \qquad (А.2)$$

где $\overline{W}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений массовой доли амилозы, в граммах на 100 г;

680 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

А.2.2 Воспроизводимость методов

Абсолютная разница между результатами двух единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев должна превышать предел воспроизводимости R_{680}, выраженный в процентах по массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$R_{680} = 68,97 \cdot \frac{1}{\overline{W}^{0,80}}, \qquad (А.3)$$

Для метода В

$$R_{680} = 81{,}63 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}88}}, \qquad (A.4)$$

где $\overline{w}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений массовой доли амилозы, в граммах на 100 г;

680 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

А.3 Результаты межлабораторных испытаний при длине волны 620 нм

Таблица А.5 — Результаты статистической оценки для метода А (горячее диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	21	23	22	21	22	21
Значение массовой доли, г/100 г	11,30	23,43	13,20	25,43	2,18	27,65
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,55	0,76	0,46	0,78	0,42	0,96
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,68	3,23	3,39	3,08	19,38	3,55
Предел повторяемости $r = 2{,}8\ s_r$, г/100 г	1,55	2,13	1,30	2,20	1,18	2,70
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	1,05	1,56	1,30	1,47	1,06	1,45
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	8,87	6,61	9,53	5,76	48,45	5,36
Предел воспроизводимости $r = 2{,}8\ s_R$, г/100 г	2,94	4,35	3,65	4,11	2,96	4,07

Таблица А.6 — Результаты статистической оценки для метода В (холодное диспергирование)

	Пробы риса					
	A	B	C	D	E	F
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий с резко отклоняющимися значениями	18	20	17	18	19	19
Значение массовой доли, г/100 г	12,45	24,08	14,09	26,35	1,79	27,92
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,51	1,02	0,47	0,56	0,47	0,72
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,06	4,22	3,31	2,11	26,42	2,57
Предел повторяемости $r = 2{,}8\ s_r$, г/100 г	1,42	2,85	1,31	1,56	1,32	2,01
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	1,22	1,97	0,90	1,66	1,29	1,76
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	9,76	8,17	6,37	6,30	72,29	6,29
Предел воспроизводимости $r = 2{,}8\ s_R$, г/100 г	3,40	5,51	2,51	4,65	3,62	4,92

А.3.1 Повторяемость методов

Абсолютная разница между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого интервала времени не более чем в 5 % случаев должна превышать предел воспроизводимости r_{620}, выраженный в процентах к массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$r_{620} = 29{,}46 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}71}}. \qquad (A.5)$$

Для метода В

$$r_{620} = 39{,}30 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}84}}, \qquad (A.6)$$

где $\overline{w}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определений массовой доли, в граммах на 100 г;

620 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

А.3.2 Воспроизводимость методов

Абсолютная разница между результатами двух единичных испытаний, полученными по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев должна превышать предел воспроизводимости R_{620}, выраженный в процентах к массе, который рассчитывают по формулам

Для метода А

$$R_{620} = 86{,}77 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}85}}, \quad (A.7)$$

Для метода В

$$R_{620} = 104{,}68 \cdot \frac{1}{\overline{w}^{0{,}88}}, \quad (A.8)$$

где $\overline{w}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определений массовой доли, в граммах на 100 г;

620 — длина волны, при которой определяется оптическая плотность, в нм.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 712	IDT	ГОСТ ISO 712—2015 «Зерно и зерновые продукты. Определение содержания влаги. Контрольный метод»
ISO 6647-1	IDT	ГОСТ ISO 6647-1—2015 Рис. Определение содержания амилозы. Часть 1. Контрольный метод
ISO 7301	IDT	ГОСТ ISO 7301—2013 «Рис. Технические условия»
ISO 8466-1	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящем стандарте использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[2] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement Method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[3] ISO 13690:1999* Cereals, pulses and milled products — Sampling of static batches (Зерновые, бобовые и молотые продукты из них. Отбор проб из статических партий)

[4] AACC method 61-03 (re-approved 1999; this method is equivalent to the withdrawn ISO 6647:1987)

[5] European Commission Report EUR 16612 EN, 1995: The certification of the amylose content (mass fraction) of three rice reference materials as measured according to method ISO 6647. CRM's 465, 466 and 467

[6] JULIANO B.O. A simplified assay for milled rice amylose, Cereal Sci. Today, 1971, 16, pp. 334-40, 360

* Заменен на ISO 24333:2009.

УДК 664.761:641.562:006.354 МКС 67.060

Ключевые слова: рис, амилоза, отбор проб, рабочие методы, спектрофотометр, анализ, оптическая плотность

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 20.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.
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