МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 24557— 2015

ЗЕРНОБОБОВЫЕ КУЛЬТУРЫ

Определение содержания влаги. Метод воздушно-тепловой сушки

(ISO 24557:2009, 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 Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») 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 по переписке (протокол от 28 декабря 2015 г. № 83-П)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июля 2016 г. № 845-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 24557—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 24557:2009 «Бобовые. Определение содержания влаги. Метод с использованием сушильного шкафа» («Pulses — Determination of moisture content — Air-oven method», IDT).

Международный стандарт ISO 24557 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 4 «Зерновые и бобовые»

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, 2009 — 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 Термины и определения . . . 1
3 Сущность метода . . . 1
4 Аппаратура . . . 1
5 Отбор проб . . . 2
6 Методика . . . 2
7 Расчет и обработка результатов . . . 3
8 Прецизионность . . . 3
9 Протокол испытаний . . . 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов, приведенных в библиографии, межгосударственным стандартам . . . 7
Библиография . . . 8

Введение

ИСО (Международная организация по стандартизации) является международной федерацией, объединяющей национальные организации по стандартизации (комитеты — члены ИСО). Работа по подготовке международных стандартов осуществляется, как правило, в технических комитетах ИСО. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, связанные с ИСО, также принимают участие в работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ИСО/МЭК, часть 2.

Основной задачей технических комитетов является подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническим комитетом, рассылаются комитетам-членам для голосования. Публикация в качестве стандарта требует одобрения по меньшей мере 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует обратить внимание на то, что некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. ИСО не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

ISO 24577 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 4 «Зерновые и бобовые».

Предисловие к межгосударственному стандарту ГОСТ ISO 24557

Влажность (массовая доля влаги) является одним из основных количественных и качественных показателей зернобобовых культур, влияющих на их зачетный вес и потребительские свойства.

Настоящий стандарт устанавливает рабочий контрольный метод определения содержания влаги зернобобовых культур, который может быть использован при разработке и аттестации рутинных методик измерений влажности с помощью экспрессных анализаторов. При возникновении разногласий определение содержания влаги проводят по настоящему стандарту.

Диапазон измерений массовой доли влаги в зернобобовых культурах с характеристиками точности, установленными в настоящем стандарте, составляет от 9 % до 16 %. Для зернобобовых культур со значениями массовой доли влаги, лежащими вне указанного диапазона, требуется разработка специальных методик измерений.

Показатели прецизионности метода, регламентированного настоящим стандартом, были установлены путем проведения межлабораторного эксперимента с участием 13 лабораторий, организованного и проведенного Американской организацией химиков по переработке зерновых продуктов (AACC International) в соответствии со стандартами серии ISO 5725. По мере накопления информации в процессе внутреннего контроля показатели качества результатов измерений по настоящему методу измерений могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых лабораторией значений с оформлением протокола по РМГ 76—2004 «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНОБОБОВЫЕ КУЛЬТУРЫ

Определение содержания влаги. Метод воздушно-тепловой сушки

Pulses. Determination of moisture content. Air-oven method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рабочий контрольный метод определения содержания влаги зернобобовых культур. Настоящий метод распространяется на нут, чечевицу, горох и все виды бобов, за исключением соевых бобов.

Примечание — В основе стандарта лежит метод 44-17, одобренный AACC[1)] [4].

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **содержание влаги** (moisture content): Убыль массы продукта, выраженная в массовых долях, в условиях, установленных настоящим стандартом.

Примечание — Содержание влаги выражается в процентах массовой доли.

3 Сущность метода

Метод определяет содержание влаги как потерю массы пробы продукта, выраженную в процентах, при его нагревании в определенных условиях. Для минимизации потери влаги в процессе измельчения используется стадия предварительного кондиционирования.

4 Аппаратура

4.1 Лабораторная мельница[2)], обеспечивающая измельчение продукта без излишнего контакта с атмосферой и значительного выделения тепла. Мельница должна быть способна измельчать крупносеменные бобовые культуры, такие как фасоль.

Требуемые размеры частиц, d, после измельчения:

- $d < 0{,}5$ мм: массовая доля частиц более 20 %;
- $d < 1{,}0$ мм: массовая доля частиц 70 %;
- $d < 1{,}7$ мм: массовая доля частиц 100 %.

Примечание — Дробилки, работающие со скоростью выше 3600 об/мин, являются неподходящими для этой цели из-за чрезмерной потери влаги при измельчении, в результате чего измеренные значения содержания влаги оказываются ниже, чем фактические.

[1)] AACC (American Association of Cereal Chemists) — Американская организация химиков по переработке зерновых продуктов.

[2)] Thomas Wiley модель ED5 с ситом 1 мм (1260 об/мин) и лабораторная мельница 3303 с регулировкой от 0 до 4 (3600 об/мин) производства Perten Instruments являются примером имеющегося в продаже оборудования. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта, ИСО не отдает приоритета этому оборудованию. Возможно использование другого оборудования при условии получения сопоставимых результатов.

Издание официальное

4.2 Шкаф сушильный с естественной или принудительной конвекцией, обеспечивающий поддержание по всему объему равномерной температуры (130 ± 1) °С. Термометр должен быть расположен в шкафу таким образом, чтобы его наконечник находился на высоте не более чем 100 мм от верхней части бюксы.

Эффективность вентиляции определяют с помощью крупки из твердой пшеницы с максимальным размером частиц 1 мм, используемой в качестве материала для испытаний. Система вентиляции должна быть такой, чтобы после загрузки максимального количества навесок, которое шкаф может вместить, и выдерживания при температуре (130 ± 1) °С результаты после высушивания одних и тех же навесок в течение 2 ч, а затем еще в течение 1 ч не различались более, чем на 0,15 г влаги на 100 г образца.

4.3 Бюксы для высушивания из толстостенного алюминия с плотно прилегающими крышками. Бюкс и крышку для него снабжают одним и тем же номером и очищают между процедурами измерений с помощью вакуума или мягкой ткани.

4.4 Лотки для высушивания, изготовленные из неабсорбирующего материала, такого как толстостенный алюминий, с размерами около 100 × 130 мм со скошенными стенками высотой 15 мм.

4.5 Герметичный эксикатор с эффективным осушителем.

4.6 Весы аналитические с ценой деления не более 1 мг.

5 Отбор проб

Настоящий стандарт не описывает порядок отбора проб. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 24333 [3].

Следует убедиться, что проба, поступающая в лабораторию, является представительной и не была повреждена или изменена во время транспортировки и хранения.

6 Методика

6.1 Общие положения

Если содержание влаги в пробе находится в диапазоне от 9 % до 11 % массовых долей, переходят непосредственно к 6.3.

Выполняют два единичных определения на лабораторной пробе в условиях, приведенных в 8.2. Если абсолютная разница между двумя полученными значениями превышает предел повторяемости, *r*, определение повторяют до тех пор, пока это требование не будет выполнено.

6.2 Предварительное кондиционирование лабораторной пробы

6.2.1 Тщательно перемешивают пробу и отбирают около 50 г представительной навески от неизмельченной пробы продукта в лоток или бюкс для высушивания (предпочтительно использовать лоток, позволяющий распределить пробу продукта в один слой). Массу пробы, m_{L0}, записывают с точностью 0,001 г.

6.2.2 Проводят предварительное кондиционирование пробы любым из указанных ниже способов:

a) предпочтительный способ: снимают крышки с бюксов и высушивают лабораторные пробы (подготовленные по 6.2.1) в сушильном шкафу (4.2) при температуре (130 ± 1) °С в течение 15 мин; затем открытые бюксы охлаждают до комнатной температуры без использования эксикатора в течение 2 ч;

b) дополнительный способ: снимают крышки с бюксов и оставляют лабораторные пробы на воздухе в хорошо проветриваемом сушильном шкафу или другом любом месте, где они не будут повреждены. Высушивают на воздухе в течение 48 ч. Температура и относительная влажность в помещении должны поддерживаться на постоянном уровне, поскольку влажность проб после такого способа кондиционирования будет зависеть от температуры и влажности окружающего воздуха.

6.2.3 В случае использования бюкс закрывают их крышками и взвешивают лабораторную пробу после предварительного кондиционирования. Массу пробы, m_{L1}, записывают с точностью 0,001 г. В процессе кондиционирования необходимо периодически проверять содержание влаги в пробе до установления его значения в диапазоне от 9 % до 11 % массовых долей. Особенно важна такая проверка при использовании дополнительного способа (6.2.2 b), поскольку различная относительная влажность в помещении при кондиционировании приводит к различным значениям влажности пробы.

6.3 Размол и приготовление навесок

Пробу, прошедшую предварительное кондиционирование, размалывают на лабораторной мельнице (4.1). Затем пробу быстро перемешивают ложкой или лопаточкой и немедленно отбирают навеску массой от 2 до 3 г в предварительно высушенный и взвешенный бюкс. Закрывают бюкс крышкой и взвешивают. Массу навески, m_{t0}, записывают с точностью 0,001 г. Мельницу между размолами разных проб необходимо очищать.

Если нет возможности сразу отобрать навеску, размолотую лабораторную пробу до взятия навесок хранят во влагонепроницаемом контейнере.

6.4 Сушка

Открытый бюкс, содержащий навеску (6.3), вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф (4.2), предварительно нагретый до температуры (130 ± 1) °С, и выдерживают в течение 120 мин, считая с момента восстановления в шкафу этой температуры.

Шкаф должен восстанавливать температуру в течение 15—20 мин после проведения полной загрузки (24 бюксы). Не используйте шкаф, если для восстановления температуры он требует больше времени.

После сушки бюксы из шкафа вынимают, немедленно закрывают крышкой и как можно быстрее помещают в эксикатор (4.5). Взвешивают бюксы с навесками после их охлаждения до комнатной температуры (обычно это занимает от 45 до 60 мин), массу навески записывают как m_{t1}.

7 Расчет и обработка результатов

7.1 Расчет

Для расчета общей убыли массы пробы за счет удаления воды, выраженной в процентах массовой доли, W_{H_2O}, используют уравнение

$$W_{H_2O} = \left(1 - \frac{m_{t1} m_{L1}}{m_{t0} m_{L0}}\right) \cdot 100, \quad (1)$$

где m_{L0} — масса лабораторной пробы до предварительного кондиционирования, г;
m_{L1} — масса лабораторной пробы после предварительного кондиционирования, г;
m_{t0} — масса навески до сушки, г;
m_{t1} — масса навески после сушки, г.

7.2 Обработка результатов

Вычисляют среднее арифметическое двух определений, удовлетворяющих условиям повторяемости (8.2). Результат округляют до десятых долей процента.

8 Прецизионность

8.1 Межлабораторные испытания

Подробная информация о межлабораторных испытаниях по определению точности метода приведена в приложении А. Значения, полученные по результатам межлабораторных испытаний, не могут применяться для диапазона массовых долей и для матриц, отличных от приведенных.

8.2 Повторяемость

Абсолютное значение разности между результатами двух независимых единичных определений, полученными с использованием одного и того же метода на одной и той же пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не более чем в 5 % случаев будет превышать 0,3 %, что соответствует пределу повторяемости, приведенному в приложении А (таблицы А.1 и А.2 и рисунок А.1).

8.3 Воспроизводимость

Абсолютное значение разности между результатами двух единичных определений, полученными с использованием одного и того же метода на одной и той же пробе в разных лабораториях разными

операторами, использующими различное оборудование, не более чем в 5 % случаев будет превышать 0,5 %, что соответствует пределу воспроизводимости, приведенному в приложении А (таблицы А.1 и А.2 и рисунок А.1).

8.4 Критическая разность, CD

8.4.1 Общие положения

Критическая разность представляет собой разницу между двумя средними значениями, рассчитанными по результатам двух определений в условиях повторяемости.

8.4.2 Сравнение результатов двух групп измерений, полученных в одной лаборатории

Критическая разность (CD) между двумя средними значениями, полученными по результатам двух определений в условиях повторяемости, определяется по формуле

$$CD = 2{,}8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2{,}8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1{,}98 s_r = 0{,}22, \quad (2)$$

где s_r — стандартное отклонение повторяемости;

n_1 и n_2 — число результатов определений, соответствующее каждому из средних значений.

8.4.3 Сравнение результатов двух групп измерений, полученных в двух лабораториях

Критическая разность (CD) между двумя средними значениями, полученными в двух разных лабораториях и рассчитанными по двум результатам определения в условиях повторяемости, определяется по формуле

$$CD = 2{,}8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}\right)} = 2{,}8 \sqrt{s_R^2 - 0{,}55 s_r^2} = 0{,}45, \quad (3)$$

где s_r — стандартное отклонение повторяемости;

s_R — стандартное отклонение воспроизводимости;

n_1, n_2 — число результатов определений, соответствующее каждому из средних значений.

8.5 Неопределенность, *U*

Неопределенность, *U*, результатов измерений, получаемых лабораториями в условиях повторяемости, равна

$$U = 2 s_R = 0{,}36, \quad (4)$$

где s_R — стандартное отклонение воспроизводимости.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать как минимум следующую информацию:

a) данные, необходимые для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) ссылку на настоящий стандарт с указанием используемого метода испытаний;

d) все детали проведения определения, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также любые отклонения от метода, которые могут повлиять на результат определения;

e) полученные результаты испытаний с четким указанием используемого метода обработки результатов.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Международные межлабораторные испытания с участием 13 лабораторий были проведены для проб зернобобовых культур: горох, чечевица, фасоль цветная и фасоль белая.

Испытания были организованы Американской организацией химиков по переработке зерновых продуктов (AACC International) в августе 2003 года. Статистический анализ полученных результатов для оценки показателей точности, указанных в таблицах А.1 и А.2, был проведен в соответствии с ISO 5725-1 [1] и ISO 5725-2 [2].

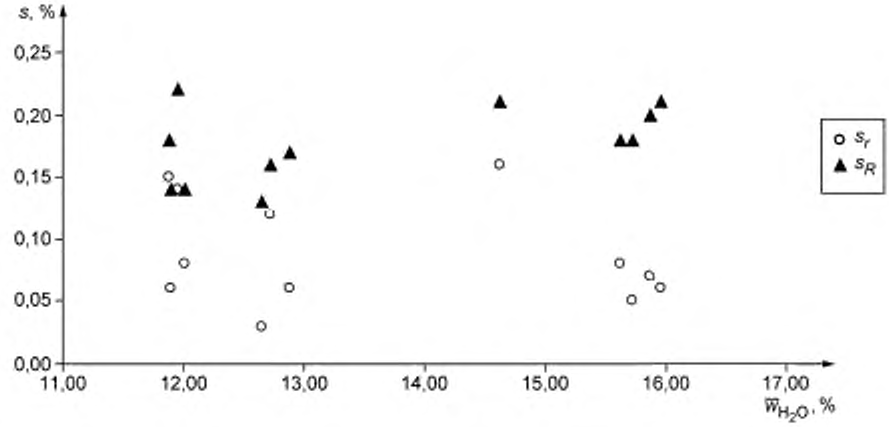
Статистически значимой связи между значениями r или R и содержанием влаги (рисунок А.1) не было обнаружено, поэтому были приняты постоянные значения для предела повторяемости, r (среднее значение r), и предела воспроизводимости, R (среднее значение R).

Таблица А.1 — Результаты для проб гороха (6 образцов)

Параметр	Горох 1	Горох 2	Горох 3	Горох 4	Горох 5	Горох 6
Количество участвующих лабораторий	13	13	13	13	13	13
Количество участвующих лабораторий после исключения выбросов	10	10	10	9	10	10
Количество результатов испытаний от оставшихся лабораторий	20	20	20	18	20	20
Среднее значение, %	11,89	11,95	12,65	12,73	14,62	15,73
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,15	0,14	0,03	0,12	0,16	0,05
Коэффициент вариаций повторяемости, %	1,26	1,18	0,25	0,97	1,09	0,34
Предел повторяемости r ($2,8s_r$), %	0,42	0,40	0,09	0,35	0,45	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,18	0,22	0,13	0,16	0,21	0,18
Коэффициент вариаций воспроизводимости, %	1,49	1,81	1,05	1,25	1,42	1,12
Предел воспроизводимости R ($2,8s_R$), %	0,50	0,61	0,37	0,44	0,58	0,50

Таблица А.2 — Результаты для проб других зернобобовых культур (6 образцов)

Параметр	Чечевица 1	Чечевица 2	Фасоль цветная 1	Фасоль цветная 2	Фасоль белая 1	Фасоль белая 2
Количество участвующих лабораторий	13	13	13	13	13	13
Количество участвующих лабораторий после исключения выбросов	10	10	9	10	10	10
Количество результатов испытаний от оставшихся лабораторий	20	20	18	20	20	20
Среднее значение, %	11,90	15,63	12,89	15,96	12,01	15,87
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,06	0,08	0,06	0,06	0,08	0,07
Коэффициент вариаций повторяемости, %	0,48	0,49	0,49	0,35	0,69	0,41
Предел повторяемости r ($2,8s_r$), %	0,16	0,21	0,18	0,16	0,23	0,18
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,14	0,18	0,17	0,21	0,14	0,20
Коэффициент вариаций воспроизводимости, %	1,14	1,13	1,32	1,29	1,15	1,25
Предел воспроизводимости R ($2,8s_R$), %	0,38	0,49	0,48	0,57	0,39	0,56



s — стандартное отклонение; s_r — стандартное отклонение повторяемости, s_R — стандартное отклонение воспроизводимости; $\overline{w}_{H_2O}$ — среднее значение содержания влаги

Рисунок А.1 — Связь между показателями прецизионности (s_r, s_R) и средним значением содержания влаги

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов, приведенных в библиографии, межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта, приведенного в библиографии	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 5725-1	IDT	ГОСТ ИСО 5725-1—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ISO 5725-2	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions

[2] ISO 5725-2 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

[3] ISO 24333 Cereals and cereal products — Sampling

[4] AACC approved method 44—17, Moisture — Air-oven method (pulses)

[5] Wang N., Daun J.K., Wallis R. Collaborative study on a method for determination of moisture content in pulses (AACC method 44—17). Cereal Food World 2005, 50(1), p. 23—26

УДК 635.65:543.573:006.354 МКС 67.060

Ключевые слова: зернобобовые культуры, влага, воздушно-тепловая сушка

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 08.11.2019. Подписано в печать 13.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,12.

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.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru