ГОСТ Р 51411—99
(ИСО 2171—93)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Определение зольности (общей золы)

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 29 декабря 1999 г. № 565-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой идентичный текст ИСО 2171 : 1993 «Зерновые и продукты их помола. Определение содержания общей золы» кроме разделов 2, 5, 6, пункта 8.2

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Определение зольности (общей золы)

Cereals and milled cereal products.
Determination of total ash

Дата введения 2001—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения зольности (общей золы) зерна и продуктов его переработки продовольственного назначения.

Метод не применим к крахмалу и производным крахмала, а также к зерну и продуктам его переработки, предназначенным для кормовых целей, и семенам зерновых и бобовых культур для посева.

Настоящий стандарт применяется при экспортно-импортных операциях с зерном и продуктами его переработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ ИСО 2170—97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов

ГОСТ 3118—77 Соляная кислота. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

зольность: Несгоревший остаток, полученный после сжигания навески согласно методу, описанному в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Метод состоит в сжигании испытываемой навески в присутствии кислорода воздуха при температуре (900 ± 10) °С до полного сгорания органического вещества и последующем взвешивании полученного остатка.

Издание официальное

5 Реактивы

5.1 Этиловый спирт по ГОСТ 17299, раствор не менее 95 %-ный (по объему).
5.2 Соляная кислота по ГОСТ 3118.
5.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
5.4 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.
5.5 Силикагель технический по ГОСТ 3956.

6 Аппаратура

6.1 Мельница со следующими характеристиками:
а) легко очищаемая, с наименьшим объемом «мертвого» пространства;
б) позволяющая быстро получить однородный по крупности продукт без заметного нагрева с минимальным контактом с окружающей средой;
в) позволяющая получить шрот (продукт размола), отвечающий следующим требованиям по крупности частиц:

> 1,6 мм . . . . . 0 %;
> 1,0 мм . . . . . < 10 %;
> 0,5 мм . . . . . < 50 %.

6.2 Проволочные тканые сетки № 1,6; № 1; № 05 по ГОСТ 6613.
6.3 Тигли для прокаливания по ГОСТ 9147 или по ГОСТ 19908 предпочтительно из платины или другого материала, на который не влияют условия анализа, плоскодонные, вместимостью 20 $см^3$, площадью дна не менее 15 $см^2$ (например, диаметр 40—60 мм и максимальная высота 30 мм).
6.4 Муфельная печь с вентиляцией, регулировкой температуры и огнеупорным покрытием, которое не растрескивается при температуре озоления (900 ± 10) °С.
6.5 Эксикатор по ГОСТ 25336 внутренним диаметром приблизительно 18 см с тубусом, фарфоровой или алюминиевой пластиной и агентом сушки (хлористый кальций по ГОСТ 450, фосфорный ангидрид или синий селикагель по ГОСТ 3956).
6.6 Весы лабораторные общего назначения с допустимой погрешностью взвешивания ± 0,1 мг.
6.7 Термоустойчивая пластина.
Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, метрологические характеристики которого соответствуют указанным параметрам.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 50436 и ГОСТ ИСО 2170.

8 Подготовка пробы

8.1 Целое зерно или продукты крупного помола

Для подготовки анализируемой пробы предварительно размалывают несколько граммов исследуемого продукта в соответствии с 6.1 и полученный продукт (шрот) удаляют из мельницы. Затем размалывают около 25 г продукта. Для анализа целого зерна берут весь продукт размола, чтобы избежать разделения компонентов зерна.

8.2 Мелкоизмельченные продукты

Мелкоизмельченные продукты не нуждаются в дополнительном размоле, если продукт прошел при просеивании через сито № 1,6 по ГОСТ 6613. При этом остаток на сите № 1 по ГОСТ 6613 должен составлять не более 10 % (по массе), а проход через сито № 05 по ГОСТ 6613 не менее 50 % (по массе).

9 Проведение анализа

9.1 Подготовка тиглей

Тигли (6.3) новые или использованные обрабатывают кипящей разбавленной соляной кислотой, затем обильно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Непосредственно перед использованием тигли прокаливают в муфельной печи (6.4) при 900 °С до достижения постоянного веса (примерно в течение 15 мин). Затем тигли охлаждают при комнатной температуре в эксикаторе (6.5) в течение 1 ч и взвешивают с точностью ± 0,0001 г.

9.2 Определение влажности

Влажность определяют непосредственно после размола в соответствии с ГОСТ 29143.

9.3 Подготовка навески

Из пробы, взвешенной с точностью ± 0,01 г и подготовленной согласно разделу 8, берут следующие навески, г:

а) 5—6 для продуктов, в которых содержание золы ожидается меньше 1 % на сухое вещество;

б) 2—3 для продуктов, в которых содержание золы ожидается более 1 % на сухое вещество.

Взвешенную навеску, перечисление а) или б) помещают в тигель, подготовленный и взвешенный, как описано в 9.1. Навеску распределяют без уплотнения для создания однородного слоя и быстро взвешивают с точностью ± 0,001 г.

9.4 Озоление

Для обеспечения равномерного озоления навеску в тигле увлажняют непосредственно перед озолением 1—2 $см^3$ этилового спирта (5.1).

Помещают тигель на открытую дверцу муфельной печи у входа в печь и только после того как навеска обгорит тигель помещают внутрь муфельной печи при температуре 900 °С. При закрытой дверце обеспечивают достаточную вентиляцию, но без сильного сквозняка, чтобы не было уноса золы из тигля. Озоление проводят пока вся навеска (в том числе углеродистые частицы) не сгорит.

Озоление считают завершенным, когда охлажденный остаток становится белым или почти белым, что обычно занимает около 2 ч.

9.5 Взвешивание остатка

По окончании озоления, когда остаток приобретет постоянный цвет, тигель вынимают из муфельной печи и помещают на 1 мин на термостойкую пластину (6.6), а затем переносят в эксикатор (6.4). Из-за гигроскопического характера золу после того, как она достигнет комнатной температуры, немедленно взвешивают с точностью ± 0,0001 мг. Для получения массы остатка массу пустого тигля (9.1) вычитают из общей массы.

Примечание — В случае серийных испытаний допускается помещать в эксикатор (6.4) одновременно не более 4 тиглей.

10 Обработка результатов

Содержание золы X, % на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = m_1 \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - H},$$

где m_0 — масса навески, г (9.3);

m_1 — масса остатка, г (9.5);

H — влажность пробы, % (по массе) (9.2).

Результат округляют до ближайшего значения с точностью ± 0,01 % (по массе).

11 Допустимая погрешность

11.1 Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, полученных с использованием одного и того же метода, на идентичном материале в одной и той же лаборатории, одним оператором, использующим одно и то же оборудование, в пределах короткого времени не должно превышать:

а) 0,02 г при выходе золы менее 1 % (по массе);

б) 2 % среднеарифметического значения между двумя определениями при выходе золы 1 % (по массе) и более.

Если различия превышают указанные значения, анализ следует повторить.

11.2 Воспроизводимость

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А.

12 Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать:

- метод отбора проб (если известен);
- используемый метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;
- полученный результат;
- результаты определения сходимости, если она определялась.

Отчет также должен содержать эксплуатационные режимы, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, но влияющие на конечный результат.

Отчет должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания выполнены Международной Ассоциацией по науке и технологии зерна (ICC) в 1989 г., в которых участвовало 16 лабораторий, каждая из которых выполняла определение зольности 5-кратным повторением. Статистические результаты, оцененные в соответствии с [1], приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты оценки межлабораторных испытаний по определению зольности

Показатель	Зерно пшеницы	Мука пшеничная I	Мука пшеничная II	Мука пшеничная ячменная	Овсяные отруби
Число лабораторий, оставшихся после удаления аномальных значений испытаний	14	13	7	12	12
Средняя величина выхода общей золы, % (по массе), на сухое вещество	1,817	0,725	0,516	0,946	2,530
Среднее квадратическое отклонение сходимости s_r, % (по массе), на сухое вещество	0,0134	0,0104	0,0017	0,0071	0,0150
Коэффициент изменения сходимости, %	0,740	1,44	0,336	0,749	0,588
Сходимость 2,83 s_r, % (по массе), на сухое вещество	0,0376	0,0292	0,0049	0,0198	0,420
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, % (по массе), на сухое вещество	0,0283	0,0142	0,0118	0,0185	0,0210
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	1,56	1,95	2,28	1,95	0,837
Воспроизводимость 2,83 s_R, % (по массе), на сухое вещество	0,0790	0,0397	0,0330	0,0517	0,0590

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 5725—86* Точность методов анализа. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартного метода анализа путем межлабораторной проверки

* С 1 ноября 2002 г. действуют ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002— ГОСТ Р ИСО 5727-6-2002.

ОКС 67.060 С19 ОКСТУ 9709, 9209

Ключевые слова: продовольственные продукты, зерно (продовольственное), зерновые продукты, испытания, определение золы, тигли, муфельная печь, эксикатор, сжигание

gost.e-ecolog.ru