МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33331— 2015

ВОДОРОСЛИ, ТРАВЫ МОРСКИЕ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Методы определения массовой доли воды, золы и посторонних примесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 300 «Рыбные продукты пищевые, кормовые, технические и упаковка», Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» (ФГБНУ «ВНИРО») и Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Тихоокеанский научно-исследовательский рыбохозяйственный центр» (ФГБНУ «ТИНРО-Центр»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 августа 2015 г. № 1109 – ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33331–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 26185–84 в части определения массовой доли воды, золы и посторонних примесей

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2016

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДОРОСЛИ, ТРАВЫ МОРСКИЕ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Методы определения массовой доли воды, золы и посторонних примесей

Seaweeds, sea grasses and products of their processing.
Methods for determination of mass content of water, ash and foreign matter

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водоросли, травы морские и продукцию из них и устанавливает методы определения массовой доли воды, массовой доли золы, массовой доли посторонних примесей, массовой доли песка и массовой доли металлопримесей.

Настоящий стандарт не распространяется на консервы и пресервы из водорослей и морских трав.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–79[1] Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2874–82[2] Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3479–85 Бумага папиросная. Технические условия

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0–80[3] Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

---

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019–2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

[2] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232–98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».

[3] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 6497–2011 «Корма для животных. Отбор проб».

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18510–87 Бумага писчая. Технические условия

ГОСТ 20469–95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 21241–89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 31413–2010 Водоросли, травы морские и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **водоросли и морские травы (свежие)** (fresh seaweeds and sea grasses): Водоросли, морские травы, изъятые из воды и сохраняющие присущие им цвет, запах, упругость тканей и пленку воды на поверхности.

3.2 **посторонние примеси** (foreign matter): Вещества, которые не являются природными составляющими водорослей, морских трав и продукции из них, легко распознаются без увеличения или присутствуют в количествах, определяемых любым методом, включающим увеличение, и указывают на нарушение санитарных правил и норм производства.

4 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....(20 ± 2) °С;
- влажность воздуха .....не более 80 %;
- напряжение в сети ..... (220 ± 10) В;
- частота переменного тока в сети питания ..... (50 ± 1) Гц.

5 Требования безопасности

5.1 При работе с электроприборами электробезопасность должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.2 Помещение, в котором проводятся работы, должно быть оборудовано общей приточно–вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5.3 При подготовке и проведении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб – по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 31413.

6.1.1 Выделенную среднюю пробу продукции измельчают (при необходимости) в мясорубке по ГОСТ 4025 или электромясорубке по ГОСТ 20469 или другом оборудовании, предназначенном для этих целей.

Выделенную среднюю пробу сушеной продукции из водорослей и морских трав измельчают на мельницах любого типа.

Измельченную среднюю пробу продукции помещают в стеклянную банку с плотно закрывающейся крышкой или в другие виды упаковки, обеспечивающие сохранность пробы.

7 Методы испытаний

7.1 Определение массовой доли воды

7.1.1 Сущность метода

Метод основан на удалении (испарении) воды из навески исследуемого образца и определении изменения его массы взвешиванием.

Диапазон измерений массовой доли воды от 5,0 % до 96,0 %.

7.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы

Весы неавтоматического действия 2-го класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и пределами абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (103 ± 2) °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная по ГОСТ 23932.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

7.1.3 Проведение измерений

Навеску, взятую из средней пробы исследуемой продукции, массой от 0,5 до 1,0 г для сушеной продукции и массой от 2 до 5 г для прочей продукции и сырца (свежей) помещают в чистый, предварительно высушенный в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы и охлажденный в эксикаторе стаканчик (или фарфоровую чашку) со стеклянной палочкой, которую используют для перемешивания пробы. Результаты взвешиваний записывают до третьего десятичного знака.

Затем стаканчик (фарфоровую чашку) с пробой помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры (103 ± 2) °С, через 4–5 ч вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе не менее 20 мин и взвешивают. Последующие взвешивания проводят после выдерживания в сушильном шкафу в течение 2–4 ч до тех пор, пока разность между последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,001 г. Если при одном из взвешиваний в процессе высушивания будет установлено увеличение массы, для расчета используют результат предыдущего взвешивания.

7.1.4 Обработка результатов

Массовую долю воды W, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 – масса стаканчика (фарфоровой чашки) с навеской до высушивания с учетом массы стеклянной палочки, г;

m_2 – масса стаканчика (фарфоровой чашки) с навеской после высушивания, с учетом массы стеклянной палочки, г;

m – масса стаканчика (фарфоровой чашки) и стеклянной палочки, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|W_1 - W_2| \le r, \quad (2)$$

где W_1, W_2 – результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого при $P = 0,95$ составляет 0,5 %.

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения предела воспроизводимости $R = 1,0$ % при $P = 0,95$.

Результат измерений массовой доли воды в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{W} \pm \Delta \quad \text{при} \quad P = 0,95, \quad (3)$$

где $\overline{W}$ – среднеарифметическое значение массовой доли воды двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

±Δ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95 составляют ± 0,7 %.

7.2 Определение массовой доли золы

7.2.1 Сущность метода

Метод основан на удалении органических веществ из навески продукции сжиганием и определении массы золы взвешиванием.

Диапазон измерений массовой доли золы от 0,5 % до 35,0 %.

7.2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы

Весы неавтоматического действия 2-го класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и пределами абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (103 ± 2) °С.

Муфельная печь с диапазоном рабочих температур от 50 °С до 1150 °С с пределами абсолютной погрешности ± 10 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919 мощностью 1500 Вт.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

7.2.3 Проведение измерений

Навеску, взятую из средней пробы исследуемого образца [для сушеной продукции – массой от 0,5 до 1,0 г, для прочей продукции и сырца (свежих) – от 1,5 до 2,0 г] помещают в чистый, предварительно высушенный в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы, охлажденный в эксикаторе и взвешенный тигель.

Тигель с навеской закрывают крышкой (при необходимости) и помещают на электрическую плитку (или в муфельную печь) и обугливают навеску пробы постепенно (с шагом не более 30° С каждые 2–3 ч) до температуры 300 °С – 400 °С. Затем содержимое тигля озоляют в муфельной печи в градиенте температур 500 °С – 550 °С в течение от 8 до 24 ч. Озоление проводят до получения золы белого или светло-серого цвета без темных вкраплений. По окончании озоления тигли вынимают тигельными щипцами из остывшей до температуры 50 °С – 60 °С муфельной печи, помещают в эксикатор, охлаждают до температуры окружающего воздуха и взвешивают (без крышки). Результаты взвешиваний записывают до третьего десятичного знака. Озоление пробы проводят до достижения постоянной массы, пока разность двух последних взвешиваний не превысит 0,001 г.

7.2.4 Обработка результатов

Массовую долю золы X_1, % в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_0) \cdot 100 \cdot 100}{(m_1 - m_0) \cdot (100 - W)}, \quad (4)$$

где m_2 – масса тигля с золой, г;

m_0 – масса пустого тигля, г;

m_1 – масса тигля с навеской, г;

W – массовая доля воды в анализируемой пробе, %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$\left| X_{1_1} - X_{1_2} \right| \le r, \quad (5)$$

где X_{1_1} и X_{1_2} – результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого при P = 0,95 составляет 0,2 %.

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения предела воспроизводимости R = 0,4 % при P = 0,95.

Результат измерений массовой доли золы в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X}_1 \pm \Delta \quad \text{при } P = 0{,}95, \quad (6)$$

где $\overline{X}_1$ – среднеарифметическое значение массовой доли золы двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

± Δ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95 составляют ± 0,3 %.

7.3 Определение массовой доли посторонних примесей, песка и металлопримесей

7.3.1 Определение массовой доли посторонних примесей в сушеной продукции и сырце (свежей)

7.3.1.1 Сущность метода

Метод основан на механическом отделении из навески исследуемого образца посторонних примесей и определении их массы взвешиванием.

7.3.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы

Весы неавтоматического действия 2 класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и пределами абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Пинцет по ГОСТ 21241.

Бумага белая писчая по ГОСТ 18510.

7.3.1.3 Проведение измерений

Для проведения измерений берут навеску сушеного исследуемого образца:

500,0 г – водорослей или морских трав;

500,0 г – пищевой продукции из бурых и красных водорослей;

100,0 г – агара или каррагинана из красных морских водорослей;

100,0 г – альгината натрия, альгиновой кислоты, альгината кальция или другой соли альгиновых кислот из бурых водорослей;

100,0 г – зостерина, филлофорина из морских трав.

Водоросли сырец (свежие) и/или морские травы сырец (свежие) предварительно высушивают естественным или искусственным способом на воздухе при температуре от 60 °С до 80 °С до 18 % – 20 % содержания влаги.

Исследуемый образец помещают на лист чистой белой бумаги и тщательно выбирают пинцетом посторонние примеси. Все собранные примеси взвешивают на весах.

7.3.1.4 Обработка результатов

Массовую долю посторонних примесей X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (7)$$

где m_1 – масса посторонних примесей, г;

m – масса пробы, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$\left|X_{2_1} - X_{2_2}\right| \le r, \quad (8)$$

где X_{2_1}, X_{2_2} – результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого при $P = 0{,}95$ составляет 0,2 %.

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения предела воспроизводимости $R = 0{,}4$ % при $P = 0{,}95$.

Результат измерений массовой доли посторонних примесей в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X}_2 \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95, \quad (9)$$

где $\overline{X}_2$ – среднеарифметическое значение массовой доли посторонних примесей двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при $P = 0{,}95$ составляют ± 0,3 %.

7.3.2 Определение массовой доли песка

7.3.2.1 Сущность метода

Метод основан на разрушении органических веществ в навеске исследуемого образца при нагревании его с соляной кислотой, отмывании песка водой с последующим его взвешиванием.

Метод предназначен для водорослей, морских трав и продукции из них, в которой нормируется количество песка.

7.3.2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия 2-го класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и пределами абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева (450 ± 2) °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919 мощностью 1500 Вт.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Воронки стеклянные с фильтрами ВФО ПОР 160, ВФО ПОР 100 по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 23932.

Стекло часовое, диаметр до 80 мм.

Цилиндры, пробирки мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные лабораторные градуированные термостойкие по ГОСТ 25336, вместимостью 150 (200) $см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (разведение 1:1).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода питьевая по ГОСТ 2874.

Колба коническая плоскодонная термоустойчивая вместимостью не менее 1000 $см^3$ ГОСТ 25336.

7.3.2.3 Приготовление насыщенного раствора хлорида натрия

Для приготовления насыщенного раствора хлорида натрия необходимо 350 г реактива растворить в 1 $дм^3$ воды, полученный раствор довести до кипения, профильтровать и охладить. Охлажденный насыщенный раствор хлорида натрия перелить в бутылку с притертой пробкой.

7.3.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты разведения 1:1

Приготовление раствора соляной кислоты проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции. Для приготовления 500 $см^3$ разведенной 1:1 соляной кислоты в термоустойчивую плоскодонную коническую колбу вместимостью не менее 1000 $см^3$, помещенную в кристаллизатор, отмеряют мерным цилиндром 250 $см^3$ дистиллированной воды. В воду по стенке колбы осторожно приливают 250 $см^3$ концентрированного раствора соляной кислоты, отмеренного в мерный цилиндр. Воду с соляной кислотой осторожно и тщательно перемешивают над кристаллизатором. При смешивании воды и кислоты раствор нагревается. Приготовленный раствор соляной кислоты разведения 1:1 после охлаждения переливают в бутылку с притертой пробкой. Хранят в вытяжном шкафу.

7.3.2.5 Проведение измерений

Навеску массой 20,0 г, взятую из средней пробы исследуемого образца, помещают в химический стакан вместимостью 150 (200) $см^3$, приливают от 40 до 50 $см^3$ раствора соляной кислоты (в разведении 1:1) и нагревают до кипения на электроплитке, непрерывно помешивая стеклянной палочкой, пока масса в стакане не перестанет вспениваться. Стакан накрывают часовым стеклом и оставляют кипеть на электроплитке в течение 15 мин. Прекратив нагревание, стакан доливают дистиллированной водой почти доверху, энергично размешивают содержимое стеклянной палочкой и оставляют в покое на 3–5 мин, после чего приступают к отмыванию песка.

На водопроводный кран предварительно надевают резиновую трубку, к которой присоединяют стеклянную воронку ВФО ПОР 160 или ВФО ПОР 100. Струю воды регулируют так, чтобы скорость течения была 1 $дм^3$ в течении 3 мин. После этого конец трубки с фильтрующей воронкой погружают в стакан на половину его глубины. Содержимое стакана периодически перемешивают (через 5–6 мин) стеклянной палочкой. Воду пропускают до полного осветления жидкости, при этом основная масса разрушенной продукции удаляются через край стакана вместе с водой.

На дне стакана остаются песок и небольшое количество крупных частиц не до конца разрушенной продукции, которые промывают насыщенным раствором хлорида натрия. В стакан с песком и оставшимися частицами продукции добавляют от 25 до 30 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивают и, дав песку осесть на дно, осторожно сливают жидкость вместе с взвешенными частицами продукции. Обработку раствором хлорида натрия повторяют три-четыре раза до прекращения всплывания частиц продукции.

Песок в стакане промывают два-три раза водой и количественно переносят на беззольный фильтр. Фильтр с осадком прокаливают в предварительно взвешенном тигле в муфельной печи при температуре 450 °С в течение 15 мин, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают, с записью результата до третьего десятичного знака.

7.3.2.6 Обработка результатов

Массовую долю песка X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100 \ , \qquad (10)$$

где m_2 – масса тигля с песком после высушивания, г;

m_1 – масса тигля, г;

m – масса пробы, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$\left|X_{3_1} - X_{3_2}\right| \le r, \qquad (11)$$

где X_{3_1}, X_{3_2} – результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, %;

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого при P = 0,95 составляет 0,1 %.

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения предела воспроизводимости R = 0,2 % при P = 0,95.

Результат измерений массовой доли песка в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X}_3 \pm \Delta \quad \text{при} \quad P = 0{,}95, \qquad (12)$$

где $\overline{X}_3$ – среднеарифметическое значение массовой доли песка двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

$\pm\,\Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95 составляют ± 0,2 %.

7.3.3 Определение массовой доли металлопримесей

7.3.3.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении с помощью магнита металлических частиц из исследуемого образца и определении их массы взвешиванием.

Метод предназначен для продукции из водорослей и морских трав, в которой нормируется массовая доля металлопримесей.

7.3.3.2 Средства измерений, испытательное оборудование, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия 2-го класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и пределами абсолютной погрешности более ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Электроплитка по ГОСТ 14919 мощностью 1500 Вт.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 50 °С до 350 °С с пределами абсолютной погрешности ± 1°С.

Лист стекла или плексигласа (оргстекло) размерами 500×500 мм.

Магнит подковообразный с подъемной силой до 49 Н.

Стекло часовое по ГОСТ 23932.

Бумага белая писчая по ГОСТ 18510.

Бумага папиросная по ГОСТ 3479.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Палочка стеклянная по ГОСТ 23932.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 10 %-ный раствор или калия гидроокись по ГОСТ 24363, 10 %-ный раствор.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Сита металлические с отверстиями диаметром 2,0 и 0,5 мм.

7.3.3.3 Проведение измерений

Навеску, взятую из средней пробы исследуемого образца, массой 250,0 г рассыпают толщиной не более 5 мм на стекле (или оргстекле) и извлекают металлопримеси магнитом. Во избежание потерь металлических частиц магнит предварительно обертывают папиросной бумагой, через которую собирают металлопримеси. Для этого проводят магнитом поперечные и продольные бороздки по всей поверхности продукции.

С магнита осторожно снимают бумагу и ссыпают частицы на чистый лист белой бумаги. Образец выравнивают по поверхности и повторяют обработку магнитом до тех пор, пока частицы металлопримесей не перестанут на нем собираться. Все собранные частицы переносят в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 25 $см^3$ 10 %-ного раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия и кипятят на электроплитке в течение 30 мин на слабом огне до полного разрушения остатков образца навески.

Содержимое стакана разбавляют тройным количеством дистиллированной воды и фильтруют

через бумажный фильтр. Фильтр промывают один-два раза дистиллированной водой и подсушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение 30 мин. Частички металла собирают с фильтра магнитом через бумагу, переносят на предварительно взвешенное часовое стекло и взвешивают, с записью результатов в граммах до третьего десятичного знака.

Для определения содержания металлопримесей по размерам частиц после взвешивания примеси металла просеивают через два металлических сита, верхнее сито со стороной или диаметром отверстий 2 мм, нижнее – 0,5 мм. Частицы металла, просеянные через 2 сита и задержанные на них (более 2 мм, от 2 до 0,5 мм и менее 0,5 мм), собирают отдельно на предварительно взвешенное часовое стекло и взвешивают.

7.3.3.4 Обработка результатов

Массовую долю металлопримесей X_4, млн$^{-1}$(мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 10^6, \qquad (13)$$

где m – масса навески, г;

m_1 – масса часового стекла, г;

m_2 – масса часового стекла с частицами металла, г;

10^6 – коэффициент перевода граммов в миллиграммы и граммов в килограммы.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$\left| X_{4_1} - X_{4_2} \right| \le r \ , \qquad (14)$$

где X_{4_1}, X_{4_2} – результаты двух измерений, полученные в условиях повторяемости, млн$^{-1}$ (мг/кг);

r – предел повторяемости (сходимости), значение которого при P = 0,95 составляет 2 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать при P = 0,95 значения предела воспроизводимости R = 4 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Результат измерений массовой доли металломагнитных примесей в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X}_4 \pm \Delta \quad \text{при } P = 0{,}95, \qquad (15)$$

где $\overline{X}_4$ – среднеарифметическое значение массовой доли металломагнитных примесей двух результатов измерений, признанных приемлемыми, млн$^{-1}$ (мг/кг);

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95 составляют ± 3 млн$^{-1}$ (мг/кг).

8 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют в виде протокола, который должен включать в себя следующее:

- информацию, необходимую для идентификации пробы;
- метод отбора проб;
- метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- полученные результаты измерений.

УДК 639.64:620.113(083.74):006.354 МКС 67.120.30

Ключевые слова: водоросли, морские травы, метод определения, массовая доля, вода, зола, посторонние примеси

Редактор *Н.Н. Мигунова*

Корректор *П.М. Смирнов*

Компьютерная верстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 36 экз. Зак. 3878.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru