ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55800— 2013

КРАХМАЛ

Метод определения общей золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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 22.11.13 г. № 1614-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 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

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

Метод определения общей золы

Starch. Metohod of determination total ash

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на крахмал и устанавливает метод определения общей золы. Диапазон измерения общей золы от 0,10 % до 1,50 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1129—2013 Масло подсолнечное. Технические условия

ГОСТ 7698—93 Крахмал. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 8808—2000 Масло кукурузное. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник. Общие технические условия

ГОСТ 32902—2014 Крахмал и крахмалопродукты. Термины и определения

ГОСТ 33444—2015 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—2002 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 стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта 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 общей золы**: Масса остатка минеральных веществ, полученная после полного озоления пробы при температуре (650 ± 50) °С в условиях.

Примечание — Массовая доля общей золы выражается в процентах.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 33444.

5 Метод определения общей золы

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении несгораемого остатка крахмала при сжигании его в муфельной печи при температуре (650 ± 50) °С и последующем определении массовой доли общей золы.

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 %.

Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

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

5.3.1 Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ±0,6 мг.

5.3.2 Печь муфельная с электрическим обогревом, способная поддерживать температуру (650 ± 50) °С, с устройством регулирования температуры.

5.3.3 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

5.3.4 Тигли фарфоровые № 4 или № 5 по ГОСТ 9147.

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

5.3.6 Масло растительное: кукурузное по ГОСТ 8808 или подсолнечное по ГОСТ 1129.

5.3.7 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450 или другие осушители.

5.3.8 Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

5.3.9 Шпатель.

5.3.10 Щипцы тигельные.

5.3.11 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. 5.3.7). Пришлифованные края эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

5.4.2 Чистый фарфоровый тигель (см. 5.3.4) помещают в муфельную печь (см. 5.3.2), нагретую до температуры (650 ± 50) °С. Выдерживают в течение одного часа. Тигель перед каждым взвешиванием помещают для охлаждения в эксикатор и выдерживают перед взвешиванием не менее 30 мин.

Взвешивание проводят с записью результата до четвертого десятичного знака.

Прокаливание тигля повторяют, пока разница между результатами двух последующих взвешиваний составит не более 0,0001 г.

5.5 Проведение анализа

5.5.1 Проводят два параллельных определения в соответствии с ГОСТ Р 5725-1 (подраздел 3.14).

5.5.2 В предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель берут пробу крахмала массой 8—10 г. Взвешивание проводят с точностью ±0,0001 г. Пробу обугливают путем нагревания тигля с крахмалом на электрической плитке. Во избежание вспучивания на поверхность пробы наносят пять — семь капель растительного масла.

После обугливания тигель помещают в муфельную печь, нагретую до (650 ± 50) °С (темно-красного цвета), где прокаливают его до полного озоления пробы крахмала.

После озоления тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают. После взвешивания тигель с золой повторно прокаливают в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока результат последнего взвешивания не начнет изменяться в сторону увеличения. Для вычисления берется последний еще убывающий результат взвешивания.

5.6 Обработка результатов

5.6.1 Массовую долю общей золы X, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

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

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса тигля с крахмалом, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты массовой доли золы в крахмале;

100 — коэффициент пересчета из процентов в числовое значение сухих веществ в крахмале;

m — масса тигля, г;

W — массовая доля влаги в крахмале, % (определяют по ГОСТ 7698);

$(100 - W)$ — массовая доля сухих веществ в крахмале, %.

5.6.2 Оформление результатов измерений

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений массовой доли золы $\overline{X}$, %, округленное до второго десятичного знака, 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 — максимальное и минимальное значения массовой доли золы в крахмале соответственно, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой доли золы 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 (пункт 5.2.2).

Таблица 1

Диапазон измерения массовой доли золы, %	Предел повторяемости r, %, абс. при $P = 95$ %	Предел воспроизводимости R, %, абс. при $P = 95$ %	Показатель точности $\pm\delta$, %, отн. при $P = 95$ %
0,10—1,50	0,04	0,08	0,04

Условия повторяемости результатов проводят при сравнении результатов двух измерений массовой доли золы 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

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

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 золы, выполненными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости при P = 0,95.

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

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

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли золы 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.

Р ИСО 5725-2 УДК 664.2:006.354 ОКС 67.180.20 Н49

Ключевые слова: крахмал, метод определения массовой доли общей золы, озоление, проведение анализа, обработка результатов

Редактор *Е.В. Лукьянова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 05.09.2018. Подписано в печать 12.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru