ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55575— 2013

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ СЫПУЧИЕ

Определение содержания ферропримесей опытно-расчетным магнитным методом операционного экстраполируемого выделения

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2013 г. № 848-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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ СЫПУЧИЕ

Определение содержания ферропримесей опытно-расчетным магнитным методом операционного экстраполируемого выделения

Bulk food products. Determination of ferrous foreign matters by magnetic method of operating precipitation and extrapolation

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сыпучие пищевые продукты и устанавливает опытно-расчетный магнитный метод операционного экстраполируемого выделения для идентификации и количественного определения примесей, обладающих магнитоактивными свойствами (далее — ферропримеси).

Примечание — Метод может быть использован для определения содержания ферропримесей в кормах для животных.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 334 Бумага масштабно-координатная.

ГОСТ 1936 Чай. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 12573 Сахар. Метод определения ферропримесей

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.5 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Метод определения металлопримесей

ГОСТ 15113.0 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 15113.2 Концентраты пищевые. Методы определения примесей и зараженности вредителями хлебных запасов

ГОСТ 17809 Материалы магнитотвердые литые. Марки

ГОСТ 20239 Мука, крупа и отруби. Метод определения металломагнитной примеси

ГОСТ 26312.1 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 32170 Чай. Правила приемки

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 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

Издание официальное

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.

3 Сущность метода

Выделение ферропримесей проводят магнитным методом, повторяя данную операцию несколько раз и фиксируя массу выделенных ферропримесей после каждой операции.

Количественное определение ферропримесей проводят опытно-расчетным путем экстраполяции получаемой зависимости убывания масс выделенных ферропримесей от количества проведенных операций в область бесконечности и расчета суммы членов получаемой при этом убывающей геометрической прогрессии масс выделенных ферропримесей.

4 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 5 °С до 30 °С;
- напряжение в электросети . . . . . (220 ± 20) В;
- частота тока в электросети . . . . . (50 ± 1) Гц;
- относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

5.1 Для выделения и количественного определения ферропримесей в сыпучих пищевых продуктах применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду и материалы:

- магнит постоянный подковообразный металлический из сплава марки ЮНДК по ГОСТ 17809[1)];
- пленка полиэтиленовая для однослойного обертывания полюсов магнита, предназначенная для облегченного снятия выделенных частиц — ферропримесей;
- весы[2)] по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ±0,01 мг;
- плоский лист без сгибов размерами 1,0 × 1,0 м из неферромагнитного материала, например, стекла, бумаги, пластика, картона, дерева;
- лопатка из неферромагнитного материала для перемешивания продукта;
- бумага масштабно-координатная марки ПЛН (с логарифмической шкалой по оси ординат)[3)] по ГОСТ 334.

5.2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб сыпучих продуктов — по ГОСТ 27668, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 15113.0, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 32170.

[1)] Для выполнения метода может быть использован постоянный магнит любого другого состава с торцевыми поверхностями полюсов размером не более 26 мм.

[2)] Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,003 мг, и с погрешностью от нелинейности не более 0,006 мг по документации изготовителя.

[3)] Для нанесения данных на график с логарифмической шкалой по оси ординат может быть использована любая графическая программа, например Excel (Microsoft Office).

6.1.2 Масса лабораторной пробы должна быть не менее 2,0 кг.

6.2 Подготовка магнита

Полюса магнита плотно оборачивают полиэтиленовой пленкой в один слой для последующего оперативного разобщения выделенных ферропримесей с магнитом. Фиксируют пленку резинками или ниткой.

7 Порядок выполнения измерений

7.1 Лабораторную пробу высыпают на плоский лист и разравнивают лопаткой с образованием слоя толщиной не более 0,5 см. Выделение ферропримесей проводят в соответствии с ГОСТ 20239, ГОСТ 12573, ГОСТ 15113.2, ГОСТ 1936, ГОСТ 13979.5—68 или другими нормативными документами на конкретный вид сыпучего пищевого продукта.

7.2 Магнитом медленно проходят вдоль и поперек слоя продукта таким образом, чтобы покрыть всю пробу взаимно перпендикулярными бороздками, не оставляя непройденных промежутков.

7.3 Выделенные ферропримеси снимают с магнита вместе с предварительно взвешенной пленкой и взвешивают. Результат взвешивания ферропримесей (как разница отмеченных взвешиваний пленки с ферропримесями и собственно пленки), полученный после выполнения этой, первой операции выделения ферропримесей, фиксируют как m_1.

7.4 Операцию выделения ферропримесей повторяют n раз, не менее $n = 5$, определяя каждый раз массу выделенных ферропримесей m, фиксируя определяемые значения масс: m_1, m_2, m_3, m_4 и m_5 и т. д.

Перед каждой операцией выделения ферропримесей пробу перемешивают и разравнивают лопаткой с получением исходного слоя.

8 Обработка результатов

8.1 Данные, полученные по 7.4, наносят на график, абсциссой которого является порядковый номер n операции, а ординатой — масса m выделенных ферропримесей в каждой из операций.

8.2 Устанавливают функциональный вид полученной убывающей массово-операционной зависимости (т. е. зависимости m от n) и определяют необходимые расчетные параметры. Для этого ее изображают и в обычных, и в полулогарифмических координатах (с логарифмической шкалой по оси ординат), используя один из двух взаимозаменяемых вариантов: или Excel (Microsoft Office), или специальную масштабно-координатную бумагу марки ПЛН по ГОСТ 334.

8.2.1 Вариант 1 (с помощью Excel)

8.2.1.1 По полученным значениям операционных масс выделенных ферропримесей строят точечную диаграмму.

8.2.1.2 Проводят аппроксимирующую кривую. Для этого добавляют линию тренда и выбирают ее тип: экспоненциальная. Программа показывает уравнение следующего вида:

$$y = A \cdot e^{-k \cdot x}, \quad (1)$$

где y — операционные значения масс (т. е. m: m_1, m_2, m_3 и т. д. в *мг*), x — номер операции (n), A и k — параметры уравнения, e — основание натуральных логарифмов.

8.2.1.3 Получают (считывают) числовые значения определяемых программой параметров A и k.

8.2.2 Вариант 2 (с помощью масштабно-координатной бумаги)

8.2.2.1 В полулогарифмических координатах полученная массово-операционная зависимость усредняется прямой линией и идентифицируется как экспонента, имеющая следующий вид:

$$m = A \cdot e^{-k \cdot n}, \quad (2)$$

8.2.2.2 Определяют параметр A как формальную начальную ординату этой линеаризованной в полулогарифмических координатах зависимости, продлевая полученную линию влево до пересечения с осью ординат.

8.2.2.3 Определяют параметр k обратным пересчетом, используя уже найденное значение параметра A и любую, взятую из зависимости m от n, пару усредненных значений m и n:

$$k = \frac{-\ln m/A}{n}. \quad (3)$$

8.2.2.4 Содержание (суммарную массу) ферропримесей $m_{сум}$ в анализируемой пробе, в том числе с учетом остаточной массы (той, которая остается в пробе после выполнения фактических операций) определяют по расчетной формуле:

$$m_{сум} = \frac{A}{e^k - 1}, \quad (4)$$

которая являет собой сумму членов убывающей геометрической прогрессии, получаемой при детализации массово-операционной зависимости (1) или (2): $m_1 = A \cdot e^{-k \cdot 1}$, $m_2 = A \cdot e^{-k \cdot 2}$, $m_3 = A \cdot e^{-k \cdot 3}$ и т. д.

8.2.2.5 Определяют массовую долю ферропримесей в анализируемой пробе X, *мг/кг*, по формуле

$$X = \frac{m_{сум}}{M}. \quad (5)$$

8.2.2.6 Результаты измерений округляют до второго десятичного знака и выражают в миллиграммах на килограмм (мг/кг), либо в килограммах на килограмм (кг/кг или в долях), либо в процентах (%). Максимальная погрешность массовой доли ферропримесей в анализируемой пробе не превышает ±2 %.

УДК 637.07:614.3:006.354

ОКС 67.040
67.050

Ключевые слова: сыпучие пищевые продукты, корма, ферропримеси, опытно-расчетный магнитный метод, операционное экстраполируемое выделение, магнитное выделение, идентификации ферропримесей, количественное определение ферропримесей

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.09.2018. Подписано в печать 01.10.2018. 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