ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЗЕРНОВЫЕ, БОБОВЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЬНОСТИ

ГОСТ 28418—89
(ИСО 2171—80)

Издание официальное

10 коп. БЗ 12—89/1057

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 633.1 : 543.822 : 006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЗЕРНОВЫЕ, БОБОВЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Методы определения зольности

Cereals, pulses and derived products. Methods of ash determination

ГОСТ 28418—89 (ИСО 2171—80)

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.91

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания золы в зерновых, бобовых и продуктах их переработки:

а) метод А, сжигание при температуре 900 °С, применим для зерновых и продуктов их переработки, предназначенных для употребления в пищу человека.

б) метод Б, сжигание при температуре 550 °С, применим для продуктов переработки зерновых, не предназначенных для употребления в пищу человека; для муки из смеси зерновых, используемой при производстве диетических продуктов; для бобовых и продуктов их переработки.

Метод Б не используют для зерновых и продуктов их переработки, предназначенных для употребления в пищу человека; метод А более быстрый и его, в основном, используют при заключении торговых соглашений.

Настоящий стандарт не распространяется на крахмал и производные крахмала, на зерновые и продукты их переработки, предназначенные для корма животных, методы определения золы в которых устанавливают стандарты ИСО 3593 и ИСО 5984, соответственно; а также на семена зерновых и бобовых, предназначенные для посева.

Стандарт применяется в экспортно-импортных операциях с зерном и продуктами его переработки, а также в научно-исследовательских работах.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

2. ССЫЛКИ

ИСО 712 «Зерновые и продукты их переработки. Определение содержания влаги (практический метод)».

ИСО 950 «Зерновые. Отбор проб».

ИСО 951 «Бобовые в мешках. Отбор проб».

ИСО 2170 «Зерновые и бобовые. Отбор проб продуктов переработки зерновых и бобовых».

ИСО 3593 «Крахмал. Определение содержания золы».

ИСО 5984 «Корма для животных. Определение содержания сырой золы».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Зола: согласно применяемому методу:

а) остаток, получаемый после сжигания при температуре (900±25) °С в регламентируемых условиях (метод А);

б) остаток, получаемый после сжигания при температуре (550±10) °С в регламентируемых условиях (метод Б).

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

4.1. Метод А

Сжигание испытуемой навески в присутствии кислорода при температуре (900±25) °С до полного сгорания органических веществ и взвешивание полученного остатка.

4.2. Метод Б

Сжигание испытуемой навески в присутствии кислорода при температуре (550±10) °С до полного сгорания органических веществ и получения постоянной массы остатка.

5. РЕАКТИВЫ

5.1. Этанол, раствор не менее 95%-ный (по объему) или растительное масло, не дающее остатка при сжигании.

6. АППАРАТУРА

6.1. Мельница (для целых зерен и семян или крупноизмельченных продуктов, при необходимости) со следующими характеристиками:

а) легко очищаемая и имеющая наименьший объем «мертвого» пространства;

б) позволяющая проводить измельчение быстро и однородно без существенного выделения тепла и, при возможности, ограничивающая контакт с окружающей средой.

6.2. Тигель для прокаливания, предпочтительно из платины или другого материала, стойкого в условиях анализа, вместимостью не менее 20 $см^3$, с плоским дном, с поверхностью не менее 15 $см^2$ (например диаметром 50—55 мм и высотой 15—20 мм).

Новый или бывший в употреблении тигель моют, например, кипящей разбавленной соляной кислотой, затем смывают кислоту большим количеством проточной воды, после чего промывают тигель дистиллированной водой.

Тигель, непосредственно перед употреблением, прокаливают в электропечи (п. 6.4) при температуре, соответствующей температуре сжигания, затем охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе (п. 6.5) и взвешивают с точностью до 0,0001 г.

6.3. Электронагреватель или газовая горелка.

6.4. Электропечь с достаточной циркуляцией воздуха и регулируемой температурой, с огнеупорной облицовкой, не растрескивающейся при температуре озоления, снабженная устройством для контроля температуры, требуемой в используемом методе.

6.5. Устройство для охлаждения, предотвращающее поглощение влаги, например эксикатор с эффективным осушителем.

6.6. Стеклянные палочки, имеющие один плоский конец.

6.7. Аналитические весы.

6.8. Пластина термоустойчивая.

7. ОТБОР ПРОБ

Лабораторную пробу готовят в соответствии со стандартами ИСО 950, ИСО 951 и ИСО 2170.

8. МЕТОДИКА

8.1. Подготовка пробы для анализа

8.1.1. *Целые зерновые или бобовые, а также крупноизмельченные продукты*

Пропускают через мельницу (п. 6.1) несколько граммов продукта и получаемые продукты помола удаляют из мельницы. Затем размалывают 2—6 г продукта, в зависимости от предполагаемого выхода золы. В случае целых зерновых и бобовых в качестве навески рекомендуется брать все продукты помола во избежание разделения различных компонентов зерна.

8.1.2. *Мелкоизмельченные продукты*

Мелкоизмельченные продукты, имеющие размер частиц 1,7 мм и мельче, в которых менее 10% частиц размером более 1 мм и более 50% частиц размером менее 0,5 мм, не требуют дополнительного размола.

8.2. Навеска для анализа

В соответствии с предполагаемым выходом золы помещают 2—6 г пробы для анализа (п. 8.1.1 и 8.1.2) в тигель, подготовленный и взвешенный таким образом, как описано в п. 6.2. Распределяют продукт без уплотнения в виде однородного слоя и быстро взвешивают с точностью 0,01 г.

Количество продукта не должно превышать 0,3 г на 1 $см^2$ тигля.

8.3. Определение содержания влаги

Тотчас же определяют содержание влаги в соответствии со стандартом ИСО 712.

8.4. Подготовка к озолению

Для обеспечения равномерного озоления навеску в тигле, непосредственно перед озолением, смачивают 1 или 2 $см^3$ этанола или растительного масла.

8.5. Метод А

8.5.1. *Предварительное озоление*

Открывают дверцу электропечи (п. 6.4) и помещают тигель с содержимым в переднюю часть печи, предварительно нагретой до (900±35) °С. Выдерживают тигель до воспламенения продукта.

Следует избегать слишком быстрого сгорания продукта, чтобы не произошло выброса твердых частиц.

8.5.2. *Озоление*

Как только пламя погаснет, осторожно помещают тигель в печь, температура которой восстановлена до (900±25) °С. Продолжают сжигание до полного озоления продукта, включая частицы органического вещества, которые могут содержаться в остатке.

Примечание. При такой температуре озоление продукта, имеющего выход золы менее 1%, происходит в течение 2 ч.

8.5.3. *Взвешивание остатка*

По окончании озоления и приобретения остатком постоянного цвета тигель вынимают из электропечи и помещают на 1 мин на термоустойчивую пластину (п. 6.8). После этого тигель переносят в эксикатор (см. примечание). Как только температура тигля достигнет температуры окружающей среды, тигель быстро взвешивают с точностью до 0,0001 г, ввиду гигроскопичного характера золы.

Примечание. В случае проведения серийных анализов, в один эксикатор (п. 6.5) не следует помещать более 4 тиглей одновременно.

8.6. Метод Б

8.6.1. *Предварительное озоление*

Тигель с содержимым помещают на электронагреватель или газовую горелку (п. 6.3) и нагревают осторожно до воспламенения продукта.

Следует избегать слишком быстрого сгорания продукта, чтобы не произошло выброса твердых частиц.

8.6.2. *Озоление*

Как только пламя погаснет, помещают тигель в электропечь (п. 6.4), предварительно нагретую до температуры (550±10) °С. Продолжают сжигание до полного озоления продукта, включая частицы органического вещества, которые могут содержаться в остатке.

Примечание. Для ускорения озоления тигель вынимают из электропечи, помещают на термоустойчивую пластину (п. 6.8), смачивают содержимое тигля несколькими каплями дистиллированной воды и стеклянной палочкой (п. 6.6) со стенок тигля соскабливают частицы органического вещества. Ополаскивают стеклянную палочку дистиллированной водой так, чтобы вода попадала в тигель, и выпаривают воду. Помещают тигель в печь и осторожно постепенно нагревают.

8.6.3. *Взвешивание остатка*

По окончании озоления тигель вынимают из электропечи и помещают на 1 мин на термоустойчивую пластину, а затем помещают в эксикатор (п. 6.5). Как только температура тигля достигнет температуры окружающей среды, тигель быстро взвешивают ввиду гигроскопичного характера золы с точностью до 0,0001 г.

Примечание. В случае проведения серийных анализов не следует одновременно помещать более 4 тиглей в один эксикатор.

Повторяют прокаливание, охлаждение и взвешивание до получения постоянной массы остатка, то есть до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями (с интервалом 1 ч для дополнительного прокаливания) не будет превышать 0,0002 г.

8.7. Количество определений

Выполняют не менее двух параллельных определений из одной и той же пробы для анализа.

9. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Метод расчета и формулы

Содержание золы, выраженное в процентах к массе сухого вещества, равно

$$m_1 \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100-H},$$

где m_0 — масса навески, г (п. 8.2);

m_1 — масса остатка, г (п. 8.5.3 или 8.6.3);

H — содержание влаги, выраженное в процентах к массе пробы для анализа.

В качестве результата берут среднее арифметическое двух определений при условии соблюдения требований сходимости (см. п. 9.2).

Выражают результат с точностью до 0,01%.

9.2. Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же аналитиком, не должно превышать:

0,02 (абсолютная величина) — для продукта с выходом золы менее 1% по массе;

2% от массы золы — для продукта с выходом золы более 1% по массе.

Если расхождение превышает установленные пределы, то определение повторяют в двухкратной повторности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Всесоюзным научно-производственным объединением «Зернопродукт»

2. ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.12.89 № 4205 введен в действие государственный стандарт СССР, в качестве которого непосредственно применен международный стандарт ИСО 2171—80, с 01.07.91

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ИСО 712—85	2
ИСО 950—79	2; 7
ИСО 951—79	2; 7
ИСО 2170—80	2; 7
ИСО 3593—81	1; 2
ИСО 5984—78	1; 2

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 30.01.90 Подп. в печ. 20.04.90 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр-отт. 0,38 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1579