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

ЖМЫХИ, ШРОТЫ И ГОРЧИЧНЫЙ ПОРОШОК

Методы определения золы

Oilcakes, oilmeals and powdered mustardseed cake.
Determination of ash content

ОКСТУ 9146

ГОСТ 13979.6—69

Взамен ГОСТ 5983—51 в части методов определения содержания золы

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 17 февраля 1969 г. № 204 срок введения установлен с 01.01.70

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи, шроты и горчичный порошок, получаемые при переработке масличных семян, и устанавливает методы определения массовой доли золы.

Под общей золой понимают прокаленный минеральный остаток, полученный в результате сжигания пробы испытуемого вещества.

Под золой, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 %, понимают остаток от общей золы, полученной после обработки ее раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % при кипячении.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 13979.0—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ ЗОЛЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться следующие аппаратура, реактивы и материалы:

Печь муфельная.

Сушильный электрошкаф с терморегулятором.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* класса точности 2, с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы с тем же классом точности.

Электроплитки по ГОСТ 14919—83.

Измельчитель механический или мельница электрическая лабораторная или бытовая с числом оборотов не менее 5000 об/мин, или ступка фарфоровая по ГОСТ 9147—80 или бронзовая.

Сито металлическое штампованное с отверстиями диаметром 1 мм из набора лабораторных сит.

Тигли фарфоровые, низкий 6 или высокий 4,5 по ГОСТ 9147—80.

Стаканы Н-1(2)—250 ТС по ГОСТ 9147—80.

Цилиндры 1—50(100) по ГОСТ 1770—74.

Воронки ВФ 1—56(75) ХС по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор 2—180(230, 290) по ГОСТ 25336—82.

Промывалка.

Палочки стеклянные.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 10 %.

---

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1077—79, *с* ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Фильтры беззольные диаметром 7—8 м.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Из среднего образца жмыха или шрота выделяют около 15 г продукта и дополнительно измельчают до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Пробу жмыха, шрота или горчичного порошка около 5 г, взвешенную на весах второго класса точности с записью результата до четвертого знака, сжигают до полного озоления в тигле, предварительно прокаленном и взвешенном на весах второго класса точности.

Сначала сжигание производят осторожно, избегая загорания материала. Для этого тигель помещают на электроплитку, покрытую асбестом.

После прекращения выделения паров и газов нагревание усиливают, асбест удаляют и продолжают прокаливание до полного исчезновения частиц угля.

Прокаливание остатка заканчивают в муфельной печи. Температура прокаливания не должна превышать температуры темнокрасного каления (600—700 °С). После прокаливания в течение 2 ч тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы. Продолжительность повторного прокаливания — 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.1. Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m - m_2} \cdot 100,$$

где m — масса тигля с навеской до озоления, г;

m_1 — масса тигля с золой, г;

m_2 — масса пустого тигля, г.

2.4.2. Массовую долю золы в пересчете на абсолютно сухое вещество (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где X — массовая доля золы, %;

W — массовая доля влаги в испытуемом продукте, %.

2.4.1, 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.3. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух определений.

Допускаемые расхождения при параллельных определениях не должны превышать ±0,05 %.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ, НЕ РАСТВОРИМОЙ В РАСТВОРЕ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 10 %

3.1. Проведение испытания

3.1.1. Тигель с прокаленным остатком, полученным при определении общей золы, помещают наклонно в стеклянный стакан вместимостью 250 см^3 и обливают 25 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %. Содержимое стакана доводят до кипения и оставляют стоять в течение 5 мин. Тигель вынимают пинцетом и ополаскивают над стаканом дистиллированной водой из промывалки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.2. Содержимое стакана фильтруют через беззольный фильтр диаметром 7—8 см, сливая жидкость тонкой струей по стеклянной палочке.

Стакан и палочку несколько раз промывают дистиллированной водой, чтобы нерастворившаяся зола была вся без потерь перенесена на фильтр. Фильтр промывают горячей водой до тех пор, пока промывные воды не перестанут давать муть с раствором азотнокислого серебра. Края фильтра загибают пинцетом внутрь, фильтр переносят в прокаленный и взвешенный тигель и высушивают в сушильном шкафу. Сжигание и прокаливание до полного озоления проводят, как указано в п. 2.3.

3.2. Обработка результатов

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. Массовую долю золы, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 % (X_2), в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m - m_2} \cdot 100,$$

где m — масса тигля с навеской до озоления, взятой для определения общей золы, г;

m_1 — масса тигля с нерастворимой золой, г;

m_2 — масса пустого тигля, г.

3.2.2. Массовую долю золы, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 % в пересчете на абсолютно сухое вещество (X_3), в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{100 - W},$$

где X_2 — массовая доля золы, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 %,%;

W — массовая доля влаги в испытуемом веществе, %.

3.2.1, 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.2.3. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух определений. Допускаемые расхождения при параллельных определениях не должны превышать ±0,05 %.

gost.e-ecolog.ru