МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЬНОСТИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 633.1:543.822:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО

Методы определения зольности

Grain. Methods of ash content determination

ГОСТ 10847—74

Взамен ГОСТ 10847—64

МКС 67.060
ОКСТУ 9709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 декабря 1974 г. № 2677 дата введения установлена

01.07.75

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на зерно, предназначенное для продовольственных, фуражных* и технических целей, и устанавливает методы определения зольности.

Зольностью называют выраженное в процентах количество минеральных веществ, остающихся после полного сгорания органических веществ навески.

Сущность методов заключается в сжигании навески размолотого зерна с последующим количественным определением несгораемого остатка.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 13586.3—83.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:

мельница лабораторная;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88** с пределом взвешивания до 200 г;

печь муфельная;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147—80;

тигли кварцевые по ГОСТ 19908—90;

щипцы тигельные;

---

* В части определения золы в зерне, предназначенном для фуражных целей, действует ГОСТ 26226—95.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (май 2009 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1985 г. (ИУС 6—85).

© Издательство стандартов, 1975
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

пластинки стеклянные размером 20 × 20 см;

сито № 08;

пипетка по ГОСТ 1770—74;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., плотностью 1,2 г/см^3;

спиртовой раствор уксуснокислого магния, приготовленный следующим образом: 1,61 г уксуснокислого магния по НД растворяют в 100 см^3 96 %-ного чистого этилового спирта по ГОСТ 5962—67*. В полученный раствор прибавляют 1—2 кристаллика йода по ГОСТ 4159—79, после растворения которых раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Приготовленный таким образом ускоритель должен быть проверен, для чего в два чистых и прокаленных до постоянной массы тигля наливают из пипетки 3 см^3 ускорителя и зажигают его. После сгорания ускорителя тигли ставят в муфельную печь и прокаливают 20 мин, затем тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разнице между массой тиглей после прокаливания с ускорителем и массой чистых тиглей устанавливают массу золы ускорителя.

Спиртовой раствор уксуснокислого магния должен храниться в стеклянной посуде с притертой пробкой в сухом, прохладном и темном месте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка зерна к испытанию

3.1.1. Из средней пробы делителем или вручную выделяют 30—50 г зерна, очищают его от сорной примеси, за исключением испорченных зерен, и размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы все размолотое зерно прошло при просеивании через сито № 08.

Размолотое зерно высыпают на стеклянную пластинку и двумя плоскими совками смешивают и разравнивают его, затем придавливают другим стеклом такого же размера, с тем чтобы размолотое зерно распределилось ровным слоем толщиной 3—4 мм.

Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест две навески массой 2—2,5 г каждая в два предварительно прокаленных до постоянной массы и охлажденных в эксикаторе тигля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Одновременно выделяют две навески для определения влажности размолотого зерна по ГОСТ 13586.5—93.

3.2. Подготовка муфельной печи к испытанию

3.2.1. В обычных муфельных печах в средней части передней и задней стенок делают отверстия диаметром 40 мм. Это необходимо для удаления продуктов сжигания, а также для притока воздуха, чтобы не допустить плавления несгораемого остатка навески зерна.

Одну из муфельных печей, используемых в методе озоления при высоких температурах печи, необходимо переоборудовать для достижения максимального накала печи до оранжевого цвета. Для этого обычную обмотку муфеля заменяют обмоткой из хромоникелевой проволоки сечением 1,2 мм с допускаемой нагрузкой 11—12 А. При перемотке не допускается соприкосновения между собой витков проволоки. Во избежание окисления проволоки должна быть обеспечена тщательная изоляция обмотки от воздуха. Для этого делается обмазка муфеля раствором из семи частей толченого огнеупорного кирпича и одной части шамотной глины. Перед приготовлением раствора из растолченного кирпича при помощи подковообразного магнита должны быть удалены металлические примеси.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Определения зольности проводится методами озоления размолотого зерна в муфельной печи без применения ускорителей, с применением ускорителей или при высоких температурах муфельной печи.

4.2. Метод озоления зерна без применения ускорителя — основной метод

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

4.2.1. Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400—500 °С (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки.

После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфель и закрывают дверцу, затем муфель нагревают до 600—900 °С (ярко-красное каление).

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают, затем вторично прокаливают не менее 20 мин и, если масса тиглей с золой не изменилась после повторного взвешивания, озоление считают законченным, а если масса их уменьшилась более чем на 0,0002 г, прокаливание повторяют. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания берут меньшее значение массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.2. При наличии разногласий определение зольности проводят методом озоления зерна без применения ускорителей.

4.3. Метод озоления зерна с применением ускорителей

4.3.1. *Озоление с азотной кислотой*

Взвешенные тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 400—500 °С (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу. Озоление ведут до превращения содержимого тиглей в рыхлую массу серого цвета. После этого тигли охлаждают и содержимое их смачивают тремя-пятью каплями азотной кислоты. Тигли помещают у дверцы (или на дверцу, если она откидывается) муфельной печи и осторожно, не допуская кипения, выпаривают кислоту досуха, после чего тигли ставят в глубь печи, нагретой до 600—900 °С (ярко-красное каление), закрывают дверцу и ведут озоление в течение 20—30 мин.

Тигли с озоленными навесками охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Озоление считают законченным, если масса тиглей с золой после повторного прокаливания в течение 20 мин не изменяется.

4.3.2. *Озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния*

В каждый взвешенный тигель с навеской прибавляют пипеткой 3 $см^3$ спиртового раствора уксуснокислого магния.

По истечении 1—2 мин, после того как вся навеска пропиталась ускорителем, тигли помещают на металлическую или фарфоровую подставку непосредственно в вытяжном шкафу и поджигают содержимое тиглей горящей ватой, предварительно смоченной спиртом и надетой на металлический стержень.

После выгорания ускорителя тигли помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой до 600—900 °С (ярко-красное каление), и постепенно задвигают тигли в муфельную печь. Прокаливание ведут примерно в течение 1 ч до полного исчезновения черных частиц.

После окончания озоления тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4. Метод озоления при высоких температурах печи

4.4.1. Озоление зерна проводится последовательно в двух муфельных печах с различной степенью максимального накала.

Для первичного озоления взвешенные тигли с навесками помещают на 5—10 мин в переднюю часть обычной муфельной печи. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли на 40—50 мин продвигают в глубь печи, нагретой до 400—500 °С (темно-красное каление). На место продвинутых тиглей устанавливают другие 5—6 тиглей и так до полного заполнения печи.

После первичного озоления все тигли переносят в переоборудованную муфельную печь, нагретую до 950 °С (оранжевое каление), где происходит озоление продукта в течение 30 мин. После этого озоление заканчивают. Тигли с озоленными навесками охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Зольность (X) в процентах каждой навески зерна в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_з \cdot 100 \cdot 100}{m_н (100 - W)},$$

где $m_з$ — масса золы, г;

$m_н$ — масса навески размолотого зерна, г;

W — влажность размолотого зерна, %.

Пример. $m_з$ = 0,033 г; $m_н$ = 2,0; W = 13,0 %.

Зольность (X) в пересчете на сухое вещество составит

$$X = \frac{0{,}03 \cdot 100 \cdot 100}{2{,}0\,(100 - 13)} = 1{,}90\ \%.$$

5.2. При озолении зерна с уксуснокислым магнием зольность (X) в процентах каждой навески зерна в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_з - m_у) \cdot 100 \cdot 100}{m_н (100 - W)},$$

где $m_з$ — общая масса золы, г;

$m_у$ — масса золы ускорителя, г;

$m_н$ — масса навески размолотого зерна, г;

W — влажность размолотого зерна, %.

Пример. $m_з$ = 0,037; $m_у$ = 0,0098 г; $m_н$ = 2,2 г; W = 14,0 %.

Зольность (X) в пересчете на сухое вещество составит

$$X = \frac{(0{,}037 - 0{,}0098) \cdot 100 \cdot 100}{2{,}2\,(100 - 14)} = 1{,}44\ \%.$$

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. Вычисления производят до тысячных долей процента с последующим округлением до сотых долей процента.

5.4. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 %.

5.5. Округление результатов анализа проводят следующим образом: если первая из отбрасываемых цифр меньше пяти, то последнюю сохраняемую цифру не меняют; если же первая из отбрасываемых цифр больше или равна пяти, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.6. При контрольных определениях зольности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным определениями не должно превышать 0,1 %.

При контрольном определении за окончательный результат принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами первоначального и контрольного определения не превышает допускаемую норму. Если расхождение превышает допускаемую норму, за окончательный результат принимают результат контрольного определения.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru