ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 28418— 2002 (ИСО 2171:1993)

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Определение зольности

(общей золы)

(ISO 2171:1993, MOD)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 5354
" 25 " мая 2006 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологи и сертификации

Предисловие

Евразийский Совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены".

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна (ВНИИЗ)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22-2002 от 6 ноября 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Ростехрегулирование

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 2171:1993 «Зерновые и продукты их помола. Определение содержания общей золы» (ISO 2171:1993 «Cereals and milled cereal products. Determination of total ash»). При этом разделы стандарта, кроме разделов 2, 5, 6, пункта 8.2 идентичны.

Степень соответствия – модифицированная, MOD

Настоящий стандарт идентичен ГОСТ Р 51411–99 (ИСО 2171- 93) «Зерно и продукты его переработки Определение зольности (общей золы)», который продолжает действовать в Российской Федерации в качестве национального стандарта.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) "Межгосударственные стандарты", а текст изменений – в информационных указателях "Межгосударственные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Межгосударственные стандарты".

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

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

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ
Определение зольности (общей золы)

Cereals and milled cereal products.
Determination of total ash

Дата введения -

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения зольности (общей золы) зерна и продуктов его переработки продовольственного назначения.

Метод не применим к крахмалу и производным крахмала, а также к зерну и продуктам его переработки, предназначенным для кормовых целей, и семенам зерновых и бобовых культур для посева.

Настоящий стандарт применяется при экспортно-импортных операциях с зерном и продуктами его переработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Соляная кислота. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

ГОСТ 29143—91 (ИСО 712—85) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)

ГОСТ 31003—2002 (ИСО 950:1979) Зерновые. Отбор проб зерна

ГОСТ ИСО 2170—97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

зольность: Несгоревший остаток, полученный после сжигания навески согласно методу, описанному в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Метод состоит в сжигании испытываемой навески в присутствии кислорода воздуха при температуре (900 ± 10) °С до полного сгорания органического вещества и последующем взвешивании полученного остатка.

Издание официальное

5 Реактивы

5.1 Этиловый спирт по ГОСТ 17299, раствор не менее 95 %-ный (по объему).
5.2 Соляная кислота по ГОСТ 3118.
5.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
5.4 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.
5.5 Силикагель технический по ГОСТ 3956.

6 Аппаратура

6.1 Мельница со следующими характеристиками:
а) легко очищаемая, с наименьшим объемом «мертвого» пространства;
б) позволяющая быстро получить однородный по крупности продукт без заметного нагрева с минимальным контактом с окружающей средой;
в) позволяющая получить шрот (продукт размола), отвечающий следующим требованиям по крупности частиц:

> 1,6 мм..... 0 %;
> 1,0 мм..... < 10 %;
> 0,5 мм..... < 50 %.

6.2 Проволочные тканые сетки № 1,6; № 1; № 05 по ГОСТ 6613.
6.3 Тигли для прокаливания по ГОСТ 9147 или по ГОСТ 19908 предпочтительно из платины или другого материала, на который не влияют условия анализа, плоскодонные, вместимостью 20 $см^3$, площадью дна не менее 15 $см^2$ (например, диаметр 40—60 мм и максимальная высота 30 мм).
6.4 Муфельная печь с вентиляцией, регулировкой температуры и огнеупорным покрытием, которое не растрескивается при температуре озоления (900 ± 10) °С.
6.5 Эксикатор по ГОСТ 25336 внутренним диаметром приблизительно 18 см с тубусом, фарфоровой или алюминиевой пластиной и агентом сушки (хлористый кальций по ГОСТ 450, фосфорный ангидрид или синий селикагель по ГОСТ 3956).
6.6 Весы лабораторные общего назначения с допустимой погрешностью взвешивания ±0,1 мг.
6.7 Термоустойчивая пластина.
Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, метрологические характеристики которого соответствуют указанным параметрам.

7 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 31003 и ГОСТ ИСО 2170.

8 Подготовка пробы

8.1 Целое зерно или продукты крупного помола

Для подготовки анализируемой пробы предварительно размалывают несколько граммов исследуемого продукта в соответствии с 6.1 и полученный продукт (шрот) удаляют из мельницы. Затем размалывают около 25 г продукта. Для анализа целого зерна берут весь продукт размола, чтобы избежать разделения компонентов зерна.

8.2 Мелкоизмельченные продукты

Мелкоизмельченные продукты не нуждаются в дополнительном размоле, если продукт прошел при просеивании через сито № 1,6 по ГОСТ 6613. При этом остаток на сите № 1 по ГОСТ 6613 должен составлять не более 10 % (по массе), а проход через сито № 05 по ГОСТ 6613 не менее 50 % (по массе).

9 Проведение анализа

9.1 Подготовка тиглей

Тигли (6.3) новые или использованные обрабатывают кипящей разбавленной соляной кислотой, затем обильно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Непосредственно перед использованием тигли прокаливают в муфельной печи (6.4) при 900 °С до достижения постоянного веса (примерно в течение 15 мин). Затем тигли охлаждают при комнатной температуре в эксикаторе (6.5) в течение 1 ч и взвешивают с точностью ± 0,0001 г.

9.2 Определение влажности

Влажность определяют непосредственно после размола в соответствии с ГОСТ 29143.

9.3 Подготовка навески

Из пробы, взвешенной с точностью ± 0,01 г и подготовленной согласно разделу 8, берут следующие навески, г:

а) 5—6 для продуктов, в которых содержание золы ожидается меньше 1 % на сухое вещество;

б) 2—3 для продуктов, в которых содержание золы ожидается более 1 % на сухое вещество.

Взвешенную навеску, перечисление а) или б) помещают в тигель, подготовленный и взвешенный, как описано в 9.1. Навеску распределяют без уплотнения для создания однородного слоя и быстро взвешивают с точностью ± 0,001 г.

9.4 Озоление

Для обеспечения равномерного озоления навеску в тигле увлажняют непосредственно перед озолением 1—2 $см^3$ этилового спирта (5.1).

Помещают тигель на открытую дверцу муфельной печи у входа в печь и только после того как навеска обгорит тигель помещают внутрь муфельной печи при температуре 900 °С. При закрытой дверце обеспечивают достаточную вентиляцию, но без сильного сквозняка, чтобы не было уноса золы из тигля. Озоление проводят пока вся навеска (в том числе углеродистые частицы) не сгорит.

Озоление считают завершенным, когда охлажденный остаток становится белым или почти белым, что обычно занимает около 2 ч.

9.5 Взвешивание остатка

По окончании озоления, когда остаток приобретет постоянный цвет, тигель вынимают из муфельной печи и помещают на 1 мин на термостойкую пластину (6.6), а затем переносят в эксикатор (6.4). Из-за гигроскопического характера золу после того как она достигнет комнатной температуры немедленно взвешивают с точностью ± 0,0001 мг. Для получения массы остатка массу пустого тигля (9.1) вычитают из общей массы.

Примечание — В случае серийных испытаний допускается помещать в эксикатор (6.4) одновременно не более 4 тиглей.

10 Обработка результатов

Содержание золы X, % на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = m_1 \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - H},$$

где m_0 — масса навески, г (9.3);

m_1 — масса остатка, г (9.5);

H— влажность пробы, % (по массе) (9.2).

Результат округляют до ближайшего значения с точностью ± 0,01 % (по массе).

11 Допустимая погрешность

11.1 Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, полученных с использованием одного и того же метода, на идентичном материале в одной и той же лаборатории, одним оператором, использующим одно и то же оборудование, в пределах короткого времени не должно превышать:

а) 0,02 г при выходе золы менее 1 % (по массе);

б) 2 % среднего арифметического значения между двумя определениями при выходе золы 1 % (по массе) и более.

Если различия превышают указанные значения, анализ следует повторить.

11.2 Воспроизводимость

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А.

12 Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать:

- метод отбора проб (если известен);
- используемый метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;
- полученный результат;
- результаты определения сходимости, если она определялась.

Отчет также должен содержать эксплуатационные режимы, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, но влияющие на конечный результат.

Отчет должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания выполнены Международной Ассоциацией по науке и технологии зерна (ICC) в 1989 г., в которых участвовало 16 лабораторий, каждая из которых выполняла определение зольности 5-кратным повторением. Статистические результаты, оцененные в соответствии с ИСО 5725, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты оценки межлабораторных испытаний по определению зольности

Показатель	Зерно пшеницы	Мука пшеничная I	Мука пшеничная II	Мука пшеничная ячменная	Овсяные отруби
Число лабораторий, оставшихся после удаления аномальных значений испытаний	14	13	7	12	12
Средняя величина выхода общей золы, % (по массе), на сухое вещество	1,817	0,725	0,516	0,946	2,530
Среднее квадратическое отклонение сходимости s_r, % (по массе), на сухое вещество	0,0134	0,0104	0,0017	0,0071	0,0150
Коэффициент изменения сходимости, %	0,740	1,44	0,336	0,749	0,588
Сходимость 2,83 s_r, % (по массе), на сухое вещество	0,0376	0,0292	0,0049	0,0198	0,420
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости SR, % (по массе), на сухое вещество	0,0283	0,0142	0,0118	0,0185	0,0210
Коэффициент изменения воспроизводимости, %	1,56	1,95	2.28	1,95	0,837
Воспроизводимость 2,83 SR, % (по массе), на сухое вещество	0,0790	0,0397	0,0330	0,0517	0,0590

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 5725—86 Точность методов анализа. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартного метода анализа путем межлабораторной проверки

УДК 664.76.001.4 : 006.354 МКС 67.060 С19

Ключевые слова: продовольственные продукты, зерно (продовольственное), зерновые продукты, испытания, определение золы, тигли, муфельная печь, эксикатор, сжигание