

КРУПА

Методы определения зольности

Groats. Methods for ash content determination

ГОСТ
26312.5—84

ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.86

Настоящий стандарт распространяется на крупу и устанавливает методы определения зольности.

Сущность методов заключается в сжигании размолотой крупы с последующим определением массы негоряемого остатка.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26312.1.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:
мельницу лабораторную;
весы лабораторные общего назначения с погрешностью взвешивания $\pm 0,0002$ г и $\pm 0,1$ г;
печь муфельную;
эксикатор по ГОСТ 25336;
тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
щипцы тигельные;
пластинки стеклянные размером 20×20 см;
сито № 08;
кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,2 г/см³.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Из средней пробы делителем или вручную выделяют 30—50 г крупы, размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы вся размолотая крупа прошла при просеивании через сито № 08. Зольность манной и кукурузной крупы определяют без предварительного размола.

Размолотую крупу высыпают на стеклянную пластинку и двумя плоскими совками смешивают и разравнивают ее, затем придавливают другим стеклом такого же размера с тем, чтобы размолотая крупа распределилась ровным слоем толщиной 3—4 мм.

Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест две навески массой 2,0—2,5 г каждая в два предварительно прокаленных до постоянной массы и охлажденных в эксикаторе тигля.

3.2. Одновременно определяют влажность крупы по ГОСТ 26312.7.

3.3. Метод озоления крупы без применения ускорителя — основной метод.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



3.3.1. 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 муфельную печь и закрывают дверцу, затем муфельную печь 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. Озоление считают законченным, если масса тиглей с золой после повторного взвешивания изменилась не более чем на 0,0002 г. Если масса тиглей с золой уменьшилась более чем на 0,0002 г, прокаливание повторяют. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания берут меньшее значение массы.

3.3.2. При наличии разногласий определение зольности проводят методом озоления крупы без применения ускорителя.

3.4. Метод озоления крупы с применением ускорителя — азотной кислоты. Применяется в тех случаях, когда вещество трудно озоляется, и остаток в тигле содержит темные угольные частицы.

3.4.1. 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 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 вглубь муфельной 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 изменилась не более чем на 0,0002 г. Если масса тиглей с золой уменьшилась более чем на 0,0002 г, прокаливание повторяют. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания берут меньшее значение массы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_3 \cdot 100}{m_n (100 - W)} \cdot 100,$$

где m_3 — масса золы, г;

m_n — масса навески размолотой крупы, г;

W — влажность размолотой крупы, %.

4.2. Вычисления проводят до тысячных долей процента. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,025 %.

4.3. Результаты определения зольности проставляют в документах о качестве крупы с точностью до сотых долей процента.

4.4. Округление результатов испытаний 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.

4.5. При контрольных определениях зольности допустимое расхождение между контрольным и первоначальным (среднеарифметическим результатов двух параллельных определений) определениями не должно превышать 0,05 %.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством заготовок СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.84 № 3724
3. ВЗАМЕН ГОСТ 275—56 в части разд. 3 (пп. 49—51)
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 4461—77 | 2.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 2.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.1 |
| ГОСТ 26312.1—84 | 1.1 |
| ГОСТ 26312.7—88 | 3.2 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в мае 1990 г. (ИУС 8—90)