ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ΓΟCT P 54705— 2011

жмыхи, шроты и горчичный порошок

Методы определения массовой доли влаги и летучих веществ

Издание официальное



Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров Российской Академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ «ВНИИЖ Россельхозакадемии»)
- 2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»
- 3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 864-ст
- 4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта ИСО 771:1977 «Жмыхи и шроты. Определение содержания влаги и летучих веществ» (ISO 771:1977 «Oilseed residues Determination of moisture and volatile matter content») NEQ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1	Область применения
2	Нормативные ссылки
3	Условия проведения измерений
4	Метод высушивания при температуре (103 ± 2) °C
5	Метод высушивания при температуре (130 \pm 2) °C (ускоренный)
6	Метод спектроскопии в ближней инфракрасной области
7	Требования безопасности при проведении работ
8	Требования к квалификации оператора

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖМЫХИ, ШРОТЫ И ГОРЧИЧНЫЙ ПОРОШОК

Методы определения массовой доли влаги и летучих веществ

Oilseed residues and powdered mustard seed cake.

Methods for determination of moisture and volatile matter content

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи, шроты и горчичный порошок (далее — продукт), получаемые при переработке семян масличных культур, и устанавливает методы определения в них массовой доли влаги и летучих веществ с нижним пределом измерений не менее 1,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53600—2009 Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

- 3.1 При проведении работ в помещении лаборатории соблюдают следующие условия:
- температура окружающей среды, °C от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха. % от 20 до 90:
- частота переменного тока, Γ ц 50 \pm 2.

4 Метод высушивания при температуре (103 \pm 2) °C

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества продукта.

Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли влаги и летучих веществ: $\Delta = \pm 0.3$ % (абс.) при доверительной вероятности P = 0.95.

4.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы.

4.2 Средства измерений, посуда и вспомогательное оборудование

- 4.2.1 Весы по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm\,0.002$ г.
- 4.2.2 Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (103 ± 2) °C.
- 4.2.3 Устройство измельчающее, обеспечивающее размол жмыхов и шротов до полного прохода через сито с размером отверстий диаметром 3 мм.
- 4.2.4 Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336 с эффективным осушителем (например, кальций хлористый безводный, силикагель, цеолит).
- 4.2.5 Стаканчики для взвешивания CH-45/13 или CH-60/14 по ГОСТ 25336 или бюксы металлические с крышками.
 - 4.2.6 Сито металлическое штампованное с размером отверстий диаметром 3 мм.

Допускается применение других средств измерения и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

4.3 Подготовка к измерению

- 4.3.1 Отбор проб по ГОСТ 13979.0.
- 4.3.2 При необходимости пробу продукта измельчают с помощью измельчающего устройства до полного прохода через сито с размером отверстий диаметром 3 мм.

4.4 Выполнение измерений

В высушенном при (103 ± 2) °C до постоянной массы стаканчике по ГОСТ 25336 или металлическом бюксе взвешивают пробу продукта массой 5 г на весах по ГОСТ Р 53228 с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу разравнивают по дну стаканчика или бюкса тонким слоем. Открытый стаканчик или бюкс с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 2 ч при температуре (103 ± 2) °C. Стаканчик или бюкс закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин высушивания. Массу пробы считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г.

При увеличении массы за окончательный результат принимают данные предыдущего взвешивания.

4.5 Обработка результатов

Массовую долю влаги и летучих веществ W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1 - m},\tag{1}$$

где m_1 — масса стаканчика с пробой до высушивания, г;

 m_2 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

m — масса пустого стаканчика, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (4.6.1).

Полученный результат вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

4.6 Метрологические характеристики метода

4.6.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух измерений, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же

оборудовании за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,2~% (абс.) при доверительной вероятности P=0,95.

4.6.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух единичных измерений, полученных в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать $0,4\,\%$ (абс.) при доверительной вероятности P=0,95.

5 Метод высушивания при температуре 130 °C (ускоренный)

5.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы при температуре (130 \pm 2) °C.

5.2 Средства измерений, посуда и вспомогательное оборудование

- 5.2.1 Посуда и вспомогательное оборудование по 4.2.3—4.2.6.
- $5.2.2\,$ Весы по ГОСТ Р $53228\,$ с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm\,0.02\,$ г.
- $5.2.3\,$ Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (130 ± 2) °C.

5.3 Подготовка к измерению — по 4.3.

5.4 Выполнение измерений

Стаканчик или бюкс и крышку высушивают в сушильном шкафу в течение 30 мин при температуре (130 \pm 2) °C, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают с записью результата до второго десятичного знака. В высушенном стаканчике взвешивают пробу продукта массой 5 г с записью результата до второго десятичного знака. Пробу разравнивают по дну стаканчика или бюкса тонким слоем.

Открытый стаканчик или бюкс с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 40 мин при температуре (130 ± 2) °C. Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают с записью результата до второго десятичного знака.

- 5.5 Обработка результатов по 4.5.
- 5.6 Метрологические характеристики метода по 4.6.

6 Метод спектроскопии в ближней инфракрасной области

- 6.1 Метод основан на регистрации спектра отражения анализируемой пробы в ближней инфракрасной области (800—2500 нм). Расчет значений определяемого показателя производится по заранее созданным градуировочным моделям.
 - 6.2 Условия проведения измерений по ГОСТ Р 53600.
- 6.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы по ГОСТ Р 53600.
 - 6.4 Подготовка к измерению по ГОСТ Р 53600.
 - 6.5 Выполнение измерений по ГОСТ Р 53600.
 - 6.6 Обработка результатов по ГОСТ Р 53600.
 - 6.7 Метрологические характеристики метода по ГОСТ Р 53600.

7 Требования безопасности при проведении работ

Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0.

8 Требования к квалификации оператора

К работе допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

УДК 665.335.4.001.4:006.354

OKC 67.200

H69

ОКСТУ 9109

Ключевые слова: жмыхи, шроты, горчичный порошок, метод высушивания, метод спектроскопии, массовая доля, влага и летучие вещества, требования безопасности, приемлемость результатов измерений, требования безопасности при проведении работ

> Редактор М.Е. Никулина Технический редактор В.Н. Прусакова Корректор В.И. Варенцова Компьютерная верстка В.И. Грищенко

Сдано в набор 14.08.2012.

Подписано в печать 22.08.2012. Уч.-изд. л. 0,48. Тираж 196 экз. Зак. 719.

Формат $60x84^{1}/_{8}$.

Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 0,93.