
**Зерновые и продукты из них.
Определение содержания влаги.
Контрольный метод**

*Cereals and cereal products — Determination of moisture content —
Reference method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 712:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 712:2009(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 712:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Термины и определения	1
3 Принцип	1
4 Аппаратура.....	1
5 Отбор проб.....	2
6 Подготовка пробы для испытания.....	2
6.1 Продукты, не требующие размола.....	2
6.2 Продукты, требующие размола.....	3
6.2.1 Общие требования	3
6.2.2 Размол без предварительного кондиционирования	3
6.2.3 Размол с предварительным кондиционированием	3
7 Методика	4
7.1 Число определений.....	4
7.2 Проба для анализа	4
7.3 Высушивание	4
7.4 Взвешивание	4
8 Представление результатов	4
8.1 Без предварительного кондиционирования	4
8.2 С предварительным кондиционированием	5
9 Прецизионность	5
9.1 Межлабораторное испытание.....	5
9.2 Повторяемость	5
9.3 Воспроизводимость	5
9.4 Сравнение двух групп измерений в одной лаборатории.....	5
9.5 Сравнение двух групп измерений в двух лабораториях	6
9.6 Неопределенность	6
10 Протокол испытания.....	6
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторного испытания.....	7
Приложение В (информативное) Зерновые и продукты из них. Определение содержания влаги. Абсолютный метод.....	9
Библиография.....	16

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 712 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 4, *Зерновые и бобовые*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 712:1998), в которое были внесены технические изменения.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>

Зерновые и продукты из них. Определение содержания влаги. Контрольный метод

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает стандартный контрольный метод определения содержания влаги в зерновых и продуктах из них.

Настоящий международный стандарт применим к пшенице, рису (рису-сырцу, обрушенному и шлифованному рису), ячменю, просу (*Panicum miliaceum*), ржи, овсу, тритикале, сорго в виде зерен, молотых зерен, крупки или муки.

Данный метод не распространяется на кукурузу и бобовые.

ПРИМЕЧАНИЕ Определение содержания влаги в кукурузе см. ISO 6540^[5]; а в бобовых – см. ISO 24557^[7].

2 Термины и определения

В настоящем документе используется следующий термин и его определение.

2.1

содержание влаги
moisture content

потеря массы продукта в условиях, установленных в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание влаги выражают в процентах.

3 Принцип

При необходимости лабораторную пробу измельчают после предварительного кондиционирования, если оно требуется. Пробу для анализа высушивают при температуре от 130 °C до 133 °C в условиях, позволяющих получить результат, который согласуется с результатом, полученным с помощью абсолютного метода, описанного в Приложении В.

4 Аппаратура

4.1 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью $\pm 0,001$ г.

4.2 Мельница, имеющая следующие характеристики:

- a) материал, из которого она изготовлена не поглощает влагу;
- b) она должна хорошо чиститься и иметь минимальное мертвое пространство;
- c) должна быстро размалывать до однородной массы без ощутимого нагрева (разность температур перед помолом и после него должна быть меньше или равна 5 °C);

ПРИМЕЧАНИЕ Мельница, снабженная устройством охлаждения, может соответствовать этому требованию.

- d) должна быть герметичной, чтобы препятствовать водному обмену между пробой и наружным воздухом;
- e) должна регулироваться таким образом, чтобы размер получаемых частиц отвечал требованиям, указанным в Таблице 1.

4.3 Металлическая бюкса, из коррозионно-стойкого к условиям испытания материала, или **стеклянная чашка**, с крышкой и эффективной площадью поверхности, позволяющей распределить пробу для анализа таким образом, чтобы масса на единицу площади была не более 0,3 г/см².

4.4 Сушильный шкаф с постоянной температурой, с электрическим обогревом, регулируемый таким образом, чтобы во время нормальной работы температура воздуха вокруг проб для анализа и полок с пробами была в диапазоне от 130 °C до 133 °C.

Теплоемкость сушильного шкафа должна быть такой, чтобы при первоначальной установке температуры до 131 °C обеспечить достижение этой температуры менее чем за 30 мин после размещения в шкафу максимального количества проб для анализа, которые должны быть высушены одновременно.

Эффективность вентиляции должна определяться с помощью крупки из твердой пшеницы с максимальным размером частиц 1 мм в качестве испытательного материала. Вентиляция должна быть такой, чтобы после размещения в шкафу максимального количества проб для анализа, их высушивания при температуре 130 °C – 133 °C, последующего нагревания этих же проб в течение 2 ч, а затем еще в течение 1 ч, полученные результаты отличались бы не более чем на 0,15 г влаги на 100 г пробы.

4.5 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 24333^[6].

Важно, чтобы лаборатория получила пробу в герметичной упаковке, которая действительно является представительной. Проба не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

6 Приготовление пробы для испытания

6.1 Продукты, не требующие размола

Продукты, гранулометрический состав которых соответствует указанному в Таблице 1, не требуют размола перед проведением определения.

Лабораторную пробу тщательно перемешивают перед тем, как взять пробу для анализа (7.2).

Таблица 1 — Гранулометрический состав продуктов, не требующих размола

Характеристики гранулометрического состава мм	Соотношение %
≤ 1,7 (1,8) ^a	100
> 1,0 (1,0) ^b	≤ 10
< 0,5 (0,56) ^a	≥ 50

^a Номинальный размер отверстий сита, через которые *проходят* частицы данного размера, согласно ISO 3310-1^[1].
^b Номинальный размер отверстий сита, через которые *не проходят* частицы данного размера, согласно ISO 3310-1^[1].

6.2 Продукты, требующие размола

6.2.1 Общие требования

Если характеристики гранулометрического состава продуктов не соответствуют тем, которые приведены в Таблице 1, то такие продукты необходимо размолоть или без предварительного кондиционирования (6.2.2) или с предварительным кондиционированием (6.2.3), в зависимости от того, что требуется.

6.2.2 Размол без предварительного кондиционирования

Продукты, в которых изменение влагосодержания в процессе размола представляется маловероятным (в основном это продукты с влагосодержанием от 9 % до 15 %), размалывают без предварительного кондиционирования.

ПРИМЕЧАНИЕ Диапазон влагосодержания, приведенный для кондиционирования продуктов перед размолом, приблизительно соответствует лабораторной атмосфере с температурой 20 °С и относительной влажностью от 40 % до 70 %.

Регулируют мельницу (4.2) для получения частиц таких размеров, которые указаны в Таблице 1.

После этого сразу же размалывают некоторое количество лабораторной пробы в соответствии с используемым оборудованием, и немного больше, чем требуется для пробы для анализа (около 5 г), и немедленно проводят определение в соответствии с 7.2.

6.2.3 Размол с предварительным кондиционированием

Продукты, в которых изменение влагосодержания в процессе размола представляется вероятным (в основном это продукты с влагосодержанием более 15 % или менее 9 %), должны пройти предварительное кондиционирование с тем, чтобы содержание влаги в них перед размолом составляло от 9 % до 15 %.

Если содержание влаги составляет более 15 % (наиболее частый случай), взвешивают с точностью 0,001 г достаточное количество лабораторной пробы, чтобы получить пробу для анализа несколько больше 5 г (см. 6.2.2). Перед предварительным кондиционированием записывают массу пробы для анализа и чашки как m'_2 . Предварительно высушивают ее в соответствии с 7.3, за исключением тех случаев, когда время нагревания в шкафу (4.4) должно составлять от 7 мин до 10 мин, а охлаждение продукта до лабораторной температуры должно проводиться в чашке (4.3) без крышки и без использования эксикатора в течение, по крайней мере, 2 ч.

ПРИМЕЧАНИЕ Вполне вероятно, что эти значения времени не подходят для всех продуктов, например, для риса-сырца.

Для продуктов, в которых содержание влаги менее 9 %, взвешивают с точностью 0,001 г достаточное количество лабораторной пробы, чтобы получить пробу для анализа несколько больше 5 г (см. 6.2.2). Перед предварительным кондиционированием записывают массу пробы для анализа и чашки как m'_2 . Помещают ее в соответствующую атмосферу (как правило, в лабораторную) и оставляют до тех пор, пока содержание влаги в ней не достигнет пределов, указанных выше.

После кондиционирования взвешивают пробу с точностью 0,001 г. Записывают массу пробы для анализа после предварительного кондиционирования и массу чашки как m'_3 . Немедленно размалывают пробу, регулируя мельницу так, чтобы получить частицы таких размеров, которые указаны в Таблице 1, и сразу же выполняют методику в соответствии с 6.2.2.

7 Методика

7.1 Число определений

В соответствии с 7.2 и 7.3. выполняют независимые определения на двух пробах для анализа, взятых от лабораторной пробы. Если абсолютная разница между двумя полученными результатами больше, чем предел повторяемости, указанный в Разделе 9, повторяют определение до тех пор, пока результаты не будут удовлетворять предъявляемым требованиям.

7.2 Проба для анализа

Быстро взвешивают в чашке (4.3) с точностью 0,001 г лабораторную пробу массой $5 \text{ г} \pm 1 \text{ г}$ (6.2.2 или 6.2.3). Записывают массу невысушенной пробы для анализа и массу чашки как m'_0 . Предварительно высушивают и взвешивают чашку вместе с крышкой и записывают массу, m_d , с точностью 0,001 г.

7.3 Высушивание

Помещают открытую чашку с пробой для анализа (7.2), вместе с крышкой, в шкаф (4.4) и оставляют на $120 \text{ мин} \pm 5 \text{ мин}$ (90 мин для муки).

В некоторых случаях, в основном в странах с жарким и сухим климатом, период высушивания может быть сокращен до $60 \text{ мин} \pm 5 \text{ мин}$, что является достаточным для того, чтобы пробы для анализа достигли постоянной массы. Периодически проверяют эти периоды времени.

Не открывают дверцу шкафа во время высушивания и не помещают влажные продукты в шкаф до удаления высушенных проб для анализа, так как это может привести к частичной регидрации проб.

После высушивания быстро вынимают чашку из шкафа, закрывают и помещают в эксикатор (4.5). При проведении нескольких испытаний никогда не ставят чашки в эксикаторе одна на другую, всегда располагают их в ряд.

7.4 Взвешивание

После охлаждения чашки до лабораторной температуры (как правило, от 30 мин до 45 мин после установки ее в эксикатор) взвешивают ее с точностью 0,001 г. Записывают массу высушенной пробы для анализа и массу чашки как m'_1 .

8 Представление результатов

8.1 Без предварительного кондиционирования

Содержание влаги, $w_{\text{H}_2\text{O}}$, выраженное в граммах на 100 г продукта, рассчитывают по формуле:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \left(1 - \frac{m_1}{m_0} \right) \times 100$$

где

$m_0 = m'_0 - m_d$ масса пробы для анализа, а граммах (7.2);

$m_1 = m'_1 - m_d$ масса пробы для анализа после высушивания, в граммах (7.4).

Рассчитывают среднее арифметическое двух результатов, которые удовлетворяют требованиям к повторяемости (см. 9.2). Округляют результат с точностью до второго десятичного знака.

8.2 С предварительным кондиционированием

Содержание влаги, w_{H_2O} , выраженное в граммах на 100 г продукта, рассчитывают по формуле:

$$w_{H_2O} = \left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \times \frac{100}{m_2} = \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \right) \times 100$$

где

$m_2 = m'_2 - m_d$ масса пробы, взятой перед предварительным кондиционированием, в граммах (6.2.3);

$m_3 = m'_3 - m_d$ масса предварительно кондиционированной пробы, в граммах (6.2.3);

Рассчитывают среднее арифметическое двух результатов, которые удовлетворяют требованиям к повторяемости (см. 9.2). Округляют результат с точностью до второго десятичного знака.

9 Прецизионность

9.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания для определения прецизионности метода приводятся в Приложении А. Значения, полученные на основе этого межлабораторного испытания, могут быть применимы только к другим содержаниям влаги в диапазоне от 10 % до 18 % и другим матрицам по сравнению с указанными здесь.

9.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном испытательном материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одной и той же аппаратуре в течение короткого промежутка времени, не более чем в 5% случаев будет превышать предел повторяемости.

$$r = 2,77s_r$$

$$r = 2,77 \times 0,043 = 0,12$$

для продуктов с содержанием влаги от 10,00 % до 18,00 % (см. Таблицу А.1 и Рисунок А.1).

9.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном испытательном материале в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5% случаев будет превышать предел воспроизводимости

$$R = 2,77s_R$$

$$R = 2,77 \times 0,1614 = 0,45$$

для продуктов с содержанием влаги от 10,00 % до 18,00 % (см. Таблицу А.1 и Рисунок А.1).

9.4 Сравнение двух групп измерений в одной лаборатории

Критическая разность (CD) – это разность между двумя средними значениями, полученными по результатам двух испытаний в условиях повторяемости. В качестве результата берется среднее двух значений (см. 6.1), сравнение двух значений содержания влаги должно проводиться со значением критической разности.

Критическая разность между двумя средними значениями, полученными по результатам двух испытаний в условиях повторяемости, рассчитывается по формуле:

$$2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 s_r = 0,09 \approx 0,1$$

где

s_r среднеквадратическое отклонение повторяемости;

n_1, n_2 количество результатов испытаний, соответствующих каждому среднему значению.

9.5 Сравнение двух групп измерений в двух лабораториях

Критическая разность между двумя средними значениями, полученными в двух разных лабораториях по результатам двух испытаний в условиях повторяемости, рассчитывается по формуле:

$$2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5 s_r^2} = 0,51 \approx 0,5$$

где

s_r среднеквадратическое отклонение повторяемости;

s_R среднеквадратическое отклонение воспроизводимости;

n_1, n_2 количество результатов испытаний, соответствующих каждому среднему значению.

9.6 Неопределенность

Неопределенность, U_e , - это параметр, характеризующий разброс значений, который может быть обоснованно приписан результату. Эту погрешность определяют посредством статистического распределения результатов межлабораторного испытания, и она характеризуется экспериментальным среднеквадратическим отклонением

$$U_e = \pm 2 s_R = \pm 0,30$$

где s_R – среднеквадратическое отклонение воспроизводимости.

10 Протокол испытания

В протоколе испытания следует указать следующее:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) применяемый метод отбора проб, если известен;
- c) применяемый метод испытания со ссылкой на настоящий международный стандарт;
- d) полученный(е) результат(ы);
- e) если повторяемость проверена, то окончательный полученный результат;
- f) все подробности проведения определения, не указанные в настоящем международном стандарте, или считающиеся необязательными, наряду с подробностями любых непредвиденных ситуаций, которые могут повлиять на результат(ы) испытания.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Повторяемость, воспроизводимость и критическая разность метода были установлены в процессе межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с требованиями ISO 5725-1^[2], ISO 5725-2^[3] and ISO 5725-6^[4].

В испытании приняли участие 19 лабораторий. Были проанализированы семь продуктов.

Статистические результаты исследования представлены в Таблице А.1 и на Рисунке А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторного испытания

Параметры	Продукты							Общее среднее
	Манная крупа	Мягкая пшеница 1	Ячмень	Рис	Твердая пшеница 1	Твердая пшеница 2	Мягкая пшеница 2	
Число лабораторий-участниц после исключения выбросов	17	18	18	17	18	14	14	
Среднее значение, \bar{w}_{H_2O} , g/100 г	10,50	11,91	12,67	14,17	14,59	16,92	17,87	
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	0,03	0,05	0,04	0,04	0,03	0,06	0,05	0,04
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r} (s_r / \bar{w}_{H_2O})$, %	0,29	0,42	0,32	0,28	0,21	0,35	0,28	
Предел повторяемости, $r (2,77 s_r)$	0,08	0,14	0,11	0,11	0,08	0,17	0,14	
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	0,13	0,13	0,17	0,16	0,21	0,19	0,14	0,16
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R} (s_R / \bar{w}_{H_2O})$, %	1,24	1,09	1,34	1,13	1,44	1,12	0,78	
Предел воспроизводительности, $R (2,77 s_R)$	0,36	0,36	0,47	0,44	0,58	0,53	0,39	