# **3EPHO**

Метод определения условной крахмалистости

# **ЗБОЖЖА**

Метад вызначэння ўмоўнай крухмалістасці

Издание официальное





УДК 633.1.001.4:006.354

MKC 67.060

C19

**Ключевые слова:** условная крахмалистость, зерно, поляриметр, растворитель, осаждение, фильтрование, белковые вещества

# Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН РУП «БелНИИ пищевых продуктов»
- 2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 20 января 2005 № 2
  - 3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

# Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	2
4 Характеристики погрешности измерений	2
5 Общие положения	2
6 Технические требования к оборудованию и реактивам	2
6.1 Средства измерений	2
6.2 Вспомогательные устройства	2
6.3 Реактивы	3
7 Метод измерения	3
8 Требования безопасности	3
9 Подготовка к выполнению измерений	3
9.1 Подготовка рабочих реактивов	3
9.2 Отбор и подготовка проб	4
10 Определение условной крахмалистости зерна	5
11 Определение условной крахмалистости зерносмеси	5
12 Обработка результатов	6
13 Оформление результатов испытаний	6
14 Контроль погрешности измерений	7
Приложение А Библиография	8

# ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

#### 3EPHO

#### Метод определения условной крахмалистости

#### **ЗБОЖЖА**

# Метад вызначэння ўмоўнай крухмалістасці

Grain

Method of the determination of the conditional starch contents

Дата введения 2005-08-01

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно, предназначенное для переработки в спиртовой промышленности, и устанавливает поляриметрический метод определения условной крахмалистости. Обязательные требования безопасности при выполнении измерений изложены в разделе 8.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы (НД):

СТБ ГОСТ Р 50779.11-2001 Статистические методы. Статистическое управление качеством. Термины и определения

ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765-78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4207-75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10931-74 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13586.5-93 Зерно. Метод определения влажности

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481-84 Ареометры и цилиндры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 22300-76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30483-97 Зерно. Методы определения общего и фракционного содержания сорной и зерновой примесей; содержания мелких зерен и крупности; содержания зерен пшеницы, поврежденных клопом-черепашкой; содержания металломагнитной примеси

# 3 Определения

В настоящем стандарте применяют термины с соответствующими определениями, приведенные в СТБ ГОСТ Р 50779.11 со следующим дополнением:

**Условная крахмалистость** – общее содержание углеводов, способных превращаться в сбраживаемые сахара (моносахариды).

# 4 Характеристики погрешности измерений

Метод обеспечивает определение условной крахмалистости зерна или зерносмеси в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью ± 0,25 % при доверительной вероятности 0,95.

#### 5 Общие положения

- 5.1 Лабораторное помещение должно быть оснащено и оборудовано:
- сетью переменного тока со следующими параметрами: напряжение (220  $\pm$  22) В, частота (50  $\pm$  1) Гц;
  - контуром заземления по ГОСТ 12.1.030;
- приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, отдельными вытяжными шкафами с подводкой воды.
- **5.2** К выполнению испытаний и обработке полученных результатов допускаются лица, освоившие выполнение операций, предусмотренных настоящим стандартом.
  - 5.3 При выполнении испытаний должны выполняться следующие условия:
  - температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
  - относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
  - атмосферное давление от 86,6 до 108,7 кПа (от 650 до 800 мм. рт. ст.).

# 6 Технические требования к оборудованию и реактивам

# 6.1 Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 не ниже высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Сахариметр (поляриметр), снабженный поляризационной кюветой (трубкой) длиной 100 и/или 200 мм с ценой деления 0,05; 0,1 градуса шкалы.

Термометр стеклянный с диапазоном измерения температуры 0 °C – 100 °C и погрешностью ± 1 °C по ГОСТ 28498.

Ареометры стеклянные по ГОСТ 18481.

Секундомер или часы с секундной стрелкой по НД.

Колбы мерные исполнения 2 по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup> или колбы мерные с широкой горловиной (колбы Кольрауша) вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1; 5; 10 и 25 см<sup>3</sup>.

#### 6.2 Вспомогательные устройства

Мельница лабораторная марки У1-ЕМЛ, марки ЛЗМ или другой марки, обеспечивающая требуемую крупность размола.

Сито из сетки тканой № 1 и № 05 по [1].

Плитка электрическая нагревательная по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Баня водяная по НД.

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М с диапазоном температуры в рабочей зоне высушивания  $100 \, ^{\circ}\text{C} - 140 \, ^{\circ}\text{C}$  и погрешностью  $\pm \, 2 \, ^{\circ}\text{C}$ .

Шкаф сушильный электрический или термостат с диапазоном температуры 40 °C - 200 °C.

Колбы Кн – 100 см<sup>3</sup>, К-1000 по НД.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стакан для взвешивания по ГОСТ 25336.

#### 6.3 Реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (ч.д.а.), раствор с массовой долей 1,124 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (х.ч.), раствор с массовой долей 2,5 %.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931 (ч.д.а.), раствор с массовой долей 15 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 (ч.д.а.), раствор с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Метиловый оранжевый по НД (ч.д.а.), 0,1 % раствор.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4147 (ч.), раствор с массовой долей 30,0 %.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207 (х.ч.), раствор с массовой долей 15,0 %.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование оборудования, посуды и реактивов с метрологическими характеристиками не ниже вышеуказанных.

# 7 Метод измерения

Сущность поляриметрического метода определения условной крахмалистости заключается в растворении крахмала и других углеводов, содержащихся в зерне в горячем разбавленном растворе соляной кислоты, осаждении белковых веществ, фильтровании и измерении величины угла поворота плоскости поляризации полученного раствора.

# 8 Требования безопасности

Работы должны проводиться в соответствии с требованиями инструкций по технике безопасности, действующих на предприятии.

# 9 Подготовка к выполнению измерений

#### 9.1 Подготовка рабочих реактивов

- 9.1.1 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 1,124 %
- 24,9 см³ соляной кислоты плотностью 1,189 г/см³ разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³, охлаждают до 20 °C, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Концентрацию полученного раствора определяют титрованием 0,1 н раствором гидроксида натрия. В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, приливают 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 2 капли 0,1 % раствора метилоранжа, перемешивают и титруют 0,1 н раствором гидроксида натрия. На титрование 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 1,124 % должно быть израсходовано 15,4 см<sup>3</sup> 0,1 н раствора гидроксида натрия. В случае, если на титрование израсходован другой объем раствора гидроксида натрия, следует изменить концентрацию путем разбавления раствора дистиллированной водой или добавления соляной кислоты плотностью 1,189 г/см<sup>3</sup>. Погрешность приготовления раствора соляной кислоты с массовой долей 1,124 % – не более 0,002 %.

9.1.2 Приготовление раствора сернокислого цинка ZnSO<sub>4</sub> с массовой долей 30 %

30,00 г сернокислого цинка взвешивают с погрешностью 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 60 – 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли (в случае необходимости раствор нагревают в водяной бане), охлаждают до 20 °C и доводят объем до метки дистиллированной водой.

- 9.1.3 Приготовление раствора железистосинеродистого калия К₄[Fe(CN)<sub>6</sub>]·3H<sub>2</sub>O с массовой долей 15 %
- 17,65 г железистосинеродистого калия взвешивают с погрешностью 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают дистиллированную воду до полного растворения соли (в случае необходимости раствор нагревают в водяной бане), охлаждают до 20 °С и доводят объем до метки дистиллированной водой.
  - 9.1.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> с массовой долей 2,5 %
- 2,50 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 60 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли, охлаждают до 20 °С и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Необходимо защищать растворы солей молибдена от попадания прямых солнечных лучей.

- 9.1.5 Приготовление раствора молибденовокислого натрия Na₂MoO₄•2H₂O с массовой долей 15 %
- 15,0 г молибденовокислого натрия взвешивают с погрешностью 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 60 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли, охлаждают до 20 °C и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Необходимо защищать растворы солей молибдена от попадания прямых солнечных лучей.

- **9.1.6** Приготовление раствора индикатора метилового оранжевого  $C_{14}H_{14}O_3N_3Sna$  с массовой долей 0.1 %
- $0,1\,$ г 4-диметиламиноазобензол-4-сульфокислоты натриевой соли взвешивают с погрешностью  $0,001\,$ г, переносят в мерную колбу вместимостью  $100\,$ см $^3$ , приливают  $80\,$ см $^3$  горячей ( $80\,$ °C  $-90\,$ °C) дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой при температуре  $20\,$ °C.
  - 9.1.7 Приготовление титрованного раствора гидроокиси натрия NaOH с концентрацией 0,1 моль/дм³.
- 4,0 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью 0,0001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 800 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, охлаждают до температуры 20 °C и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Возможно приготовление титрованного раствора гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> с использованием стандарт-титров по НД.

#### 9.2 Отбор и подготовка проб

# **9.2.1** Отбор проб

Отбор проб зерна - по ГОСТ 13586.3.

# 9.2.2 Выделение навесок для анализа

Из средней пробы зерна вручную или при помощи делителя по ГОСТ 13586.3 выделяют по две параллельных навески массой от 20 до 100 г (для кукурузы – от 90 до 100 г; для проса – от 20 до 25 г, для всех остальных культур – от 40 до 50 г).

**9.2.2.1** Для определения содержания сорной примеси одну из выделенных навесок взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают на стекло или любую гладкую ровную поверхность и вручную отбирают сорные примеси, не содержащие крахмал: органические (солому, мякину, лузгу, полову, колосья после извлечения из них зерен и т. д.) и минеральные (гальку, шлак, руду, камешки, комочки земли и т. д.).

Семена дикорастущих трав, культурных растений, испорченные зерна и другие примеси, содержащие крахмал, к сорной примеси не относятся.

Отобранные сорные примеси взвешивают с точностью до 0,01 г и полученную массу выражают в процентах по отношению к массе выделенной навески зерна.

**9.2.2.2** Очищенное от сорной примеси зерно размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы весь помол прошел при просеивании через сито из сетки № 1 (для кукурузы — № 05).

Размолотое зерно помещают на ровную гладкую поверхность и двумя плоскими совками перемешивают и разравнивают тонким слоем (не более 3 – 5 мм).

Пробы отбирают совком не менее чем из 10 различных мест слоя, тщательно перемешивают и формируют две параллельные навески массой  $(5,0\pm0,01)$  г для определения влажности помола и одновременно две параллельные навески массой  $(5,0\pm0,01)$  г для определения условной крахмалистости.

**9.2.2.3** Влажность зерна определяют в другой выделенной навеске без отделения сорных примесей. Влажность зерна с подсушиванием и без него, а также влажность помола определяют в соответствии в ГОСТ 13586.5.

Зерно, содержащее более 17 % влаги, перед определением влажности и условной крахмалистости предварительно подсушивают на воздухе или в сушильном шкафу, но при температуре не выше 50 °C, до остаточной влажности в пределах 9 % – 15 %. Для зерна овса и кукурузы предварительное подсушивание проводят, если влажность зерна выше 15 %.

**9.2.2.4** Условную крахмалистость всех культур зерна независимо от того, где производится его подработка (в основном производстве или на складе), определяют в чистом зерне, очищенном от сорных примесей (органических и минеральных), с последующим пересчетом условной крахмалистости на исходную влажность и засоренность.

# 10 Определение условной крахмалистости зерна

**10.1** Каждую из двух параллельных навесок размолотого зерна массой 5,0 г, взвешенных с точностью до 0,01 г, помещают в 2 сухие мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В каждую колбу наливают по 50 см<sup>3</sup> 1,124 %-ного раствора соляной кислоты в два приема по 25 см<sup>3</sup>. После добавления первой порции кислоты содержимое колб взбалтывают до полного смачивания продукта и исчезновения комков.

Следующими 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты смывают частицы пробы со стенок горлышка колб. Смесь осторожно перемешивают и помещают колбы на 15 мин в кипящую водяную баню так, чтобы уровень воды в бане был выше уровня раствора в колбах. Необходимо следить, чтобы кипение воды в водяной бане было энергичным и не прекращалось после погружения колб. В течение первых трех минут содержимое колб перемешивают осторожными круговыми движениями, не вынимая их из водяной бани.

По истечении 15 мин колбы извлекают из водяной бани, к их содержимому приливают 20 – 30 см<sup>3</sup> холодной дистиллированной воды. Перемешивают и охлаждают раствор в колбах до температуры (20 ± 1) °C в холодной проточной воде.

**10.2** Для осаждения и осветления растворов в колбы приливают по 1 см<sup>3</sup> 30 %-ного раствора сернокислого цинка и после перемешивания добавляют по 1 см<sup>3</sup> 15 % раствора железистосинеродистого калия. Содержимое колб снова перемешивают.

Взамен указанных осадителей допускается также проводить осветление и осаждение белков путем добавления 6 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2,5 % или 3 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого натрия с массовой долей 15,0 %.

Пену, образующуюся в растворе после добавления осадителей, следует погасить 1 – 2 каплями этилового эфира.

Объем жидкости в колбе доводят до отметки колбы дистиллированной водой при температуре 20 °C.

Затем содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Во избежание испарения раствора при фильтрации воронку накрывают стеклом. Первые 20 см<sup>3</sup> фильтрата удаляют по мере его поступления в колбу, остальной фильтрат перемешивают и используют для анализа.

**10.3** Измерение производят в поляризационной кювете длиной 200 мм при температуре 20 °C; при анализе овса используют кювету длиной 100 мм, удваивая при этом получаемые величины.

Для определения величины угла поворота плоскости поляризации полученного раствора кювету ополаскивают исследуемым раствором, затем осторожно, чтобы в жидкость не попали пузырьки воздуха, заполняют ее фильтратом, закрывают покровным стеклом и пробкой с винтовой нарезкой и досуха вытирают снаружи.

Проверяют нулевую точку поляриметра, помещают поляризационную кювету в камеру поляриметра. В момент достижения однородности окраски поля снимают отсчет показаний шкалы поляриметра (сахариметра).

**10.4** Определение повторяют на трех порциях фильтрата из каждой колбы, добиваясь, чтобы расхождения между крайними значениями отсчетов не превышали 0,1 градуса шкалы.

Если это условие не выполняется, то проводят отсчеты на большем количестве порций фильтрата до тех пор, пока расхождения между крайними значениями трех любых отсчетов не будут превышать 0,1 градуса шкалы.

Среднее арифметическое трех отсчетов, расхождение между которыми не превышает допускаемую норму, является исходным значением для дальнейших вычислений содержания условной крахмалистости.

#### 11 Определение условной крахмалистости зерносмеси

Зерносмесью считается смесь зерна, в которой кроме основной культуры содержится одна или несколько культур зерна, процентное отношение которых в смеси превышает 15 %.

Для определения состава зерновой смеси взвешивают навеску массой 50 г с точностью 0,01 г, помещают ее на ровную гладкую поверхность и вручную разбирают по видам зерна, входящим в зерносмесь.

Отбор средних проб зерносмеси, подготовка к анализу, определение засоренности и влажности производят так же, как в зерне по 9.2.

Засоренность и содержание составных частей выражают в процентах к массе исходной навески зерносмеси.

Семена дикорастущих и культурных растений, испорченные зерна, не отнесенные к составным частям зерносмеси, содержащие крахмал, следует относить к основной культуре.

Влажность исходной зерносмеси и размолотой зерносмеси (помола) определяют по ГОСТ 13586.5.

Условную крахмалистость зерносмеси определяют с применением 1,124 %-ного раствора соляной кислоты по 10.1 – 10.4.

# 12 Обработка результатов

**12.1** Условную крахмалистость зерна *X* в пересчете на влажность зерна, влажность размолотого зерна (помола) и засоренность при использовании сахариметров и поляриметров с нормальной сахарной шкалой в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot \Pi \cdot (100 - W_1) \cdot (100 - M_c) \cdot 100}{(100 - W_2) \cdot 100 \cdot 100} = \frac{K \cdot \Pi \cdot (100 - W_1) \cdot (100 - M_c)}{(100 - W_2) \cdot 100},$$
(1)

где *K* – переводной коэффициент при анализе условной крахмалистости зерна с применением раствора соляной кислоты, соответственно равен:

для пшеницы — 1,813; ржи — 1,957; ячменя — 1,912; овса — 1,914; проса — 1,818; риса — 1,866; кукурузы — 1,849; гречихи — 1,805; вики, гороха и чечевицы — 1,747; тритикале — 1,894; тапиоки — 1,854; сорго и гаоляна — 1,865.

 $W_1$  – влажность зерна, %;

 $W_2$  – влажность помола, %;

П – показания поляриметра (сахариметра), градусы шкалы;

*M<sub>c</sub>* - массовая доля сорной примеси в зерне, %.

Примечание – Переводные коэффициенты рассчитаны при длине кюветы поляриметра (сахариметра), равной 200 мм.

При использовании кюветы длиной 100 мм полученные по формулам результаты необходимо умножить на 2.

12.2 При анализе зерносмеси коэффициент вычисляют по формуле

$$K = \frac{K_1 \cdot Q_1 + K_2 \cdot Q_2 + ... + K_n \cdot Q_n}{100 - M_c},$$
 (2)

где  $K_1$ ,  $K_2...K_n$  – расчетные коэффициенты для культур зерна, входящих в состав зерносмеси, приведенные выше;

 $Q_1$ ,  $Q_2...Q_n$  – массовая доля отдельных культур в смеси, %;

*M*<sub>c</sub> – массовая доля сорной примеси в зерносмеси, %.

Расчет условной крахмалистости зерносмеси производят по формуле (1).

- 12.3 Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака.
- **12.4** При использовании сахариметров и поляриметров с круговой сахарной шкалой показание поляриметра П в формуле (1) делят на 0,3468 коэффициент перевода градусов круговой шкалы в градусы нормальной шкалы (1° нормальной шкалы соответствует 0,26000 г безводной сахарозы в 100 мл раствора).
- **12.5** За окончательный результат определения условной крахмалистости принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных анализов одной пробы (двух навесок), допускаемые расхождения между которыми не должны превышать ± 0,25 % (абсолютных). В противном случае анализ повторяют.

# 13 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал, который должен содержать следующую информацию:

- дату проведения испытаний;
- наименование пробы;
- количество зерна, от которого отобрана проба;
- результаты взвешивания:
- результат параллельных измерений;
- окончательный результат в виде (X ± 0,25) %.

#### 14 Контроль погрешности измерений

- **14.1** Настоящим стандартом предусматривается проведение внутреннего контроля показателей качества результатов количественного анализа в форме внутреннего оперативного контроля (ВОК) сходимости и воспроизводимости [2].
- **14.2** Сходимость результатов определения концентрации  $d_k$  проводят путем сравнения расхождения результатов определений крахмалистости двух параллельных анализов одной пробы с нормативом сходимости результатов параллельных определений по формуле

$$d_k = X_1 - X_2 \le d, \tag{3}$$

где d = 0.25 % (абсолютных) – норматив сходимости;

 $X_1, X_2$  – результаты параллельных определений.

При превышении норматива ВОК сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

**14.3** Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб путем сравнения результата контрольной процедуры *Dk*, равного расхождению двух результатов количественного определения крахмалистости в одной и той же пробе, с нормативом ВОК воспроизводимости D:

$$Dk = |Y_1 - Y_2| \le D, \tag{4}$$

где D = 0.5% (абсолютных) условной крахмалистости – норматив воспроизводимости:

 $Y_1$ ,  $Y_2$  – результаты определений условной крахмалистости одной и той же пробы в условиях воспроизводимости (два различных исполнителя, два набора реактивов, с использованием двух различных кювет поляриметра).

# **Приложение А** (информационное)

# Библиография

[1] ТУ 14-4-1374-86 Сито из сетки тканой

[2] МИ 2335-95 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

# Ответственный за выпуск И.А. Воробей

Сдано в набор 03.03.2005Подписано в печать 11.03.2005Формат бумаги 60×84/8.Бумага офсетная.Печать ризографическаяУсл. печ. л. 1,86Уч.-изд. л. 0,56Тиражэкз.Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение: НПРУП "Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)" Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004 БелГИСС, 220113, г. Минск, ул. Мележа, 3