

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО

Метод определения влажности

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Белоруссии
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1994 г. № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13586.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13586.5—85

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2009 г.

© Издательство стандартов, 1994
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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

ЗЕРНО

Метод определения влажности

ГОСТ
13586.5—93

Grain.

Method of moisture content determination

МКС 67.060

ОКСТУ 9709

Дата введения 01—01—95

Настоящий стандарт распространяется на зерновые и зернобобовые культуры (далее — зерно), предназначенные для продовольственных, кормовых, технических целей, и устанавливает воздушно-тепловой метод определения влажности.

Сущность метода заключается в обезвоживании навески измельченного зерна в воздушно-тепловом шкафу при фиксированных параметрах: температуре и продолжительности сушки и определении убыли ее массы.

Воздушно-тепловой метод применяют при определении влажности зерна на хлебоприемных и перерабатывающих предприятиях в среднесменных и среднесуточных пробах, при приеме, отпуске и отгрузке, а также при контрольных определениях.

1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13586.3.

2 Аппаратура, материалы и реактивы

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М с нагревом сушильной камеры до 150 °С и с терморегулятором, обеспечивающим создание и поддержание температуры в рабочей зоне высушивания 100—140 °С с погрешностью ± 2 °С. Допускаемые отклонения напряжения питания сушильного шкафа от номинального не должны превышать $(220 \cdot \frac{1}{10})$ В. При больших отклонениях следует применять стабилизатор напряжения переменного тока мощностью не менее 2000 В · А любого типа.

Аппарат для ускоренного охлаждения проб зерна после предварительной сушки типа АУО.

Электровлагомеры.

Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,01$ г.

Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ± 1 г.

Рассев лабораторный.

Мельница лабораторная типа ЛЗМ или другого типа, обеспечивающая измельчение зерна по крупности.

Дробилка лабораторная для измельчения стержней кукурузных початков типа ДСК.

Термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871.

Бюксы металлические с крышками высотой 20 мм и диаметром 48 мм.

Бюксы с сетчатым дном и крышкой (сетчатые) с размером отверстий сетки 0,45 мм, высотой 15 мм и диаметром 77 мм.

Эксикаторы по ГОСТ 25336 исполнения 2.

Сито из решетчатого полотна по ТУ 23.2.2068 с круглыми отверстиями диаметром 5,0 мм (полотно 1—50).

Сита № 1 и 08 по ТУ 14—4—1374.

Вставки для эксикатора фарфоровые по ГОСТ 9147.

Совок для проб.

Часы сигнальные.

Секундомер механический по ТУ 25—1819.0021.

Щипцы тигельные.

Банки вместимостью 1000 см³.

Вазелин технический.

Кальций хлористый по ГОСТ 450 или серная кислота по ГОСТ 4204 (плотностью не менее 1,84 г/см³) или другие осушители. В зависимости от продолжительности работы, но не менее одного раза в месяц, хлористый кальций прокалывают в фарфоровой чашке до превращения его в аморфную массу. При применении серной кислоты проверяют ее плотность (если плотность менее 1,84 г/см³, ее заменяют).

П р и м е ч а н и е — Допускается использовать другую аппаратуру, материалы и реактивы с техническими характеристиками не ниже указанных.

3 Подготовка к испытанию

3.1 Из средней пробы выделяют навеску массой (300 ± 10) г.

3.2 Выделенное зерно помещают в плотно закрывающийся сосуд, заполнив его на две трети объема. Зерно, имеющее температуру ниже температуры обычных лабораторных условий $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, выдерживают в закрытом сосуде до температуры окружающей среды.

3.3 На дно тщательно вымытого и просушенного эксикатора помещают прокаленный хлористый кальций или другой осушитель. Пришлифованные края эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

3.4 Новые бюксы просушивают в сушильном шкафу в течение 60 мин и помещают для полного охлаждения в эксикатор.

Бюксы, находящиеся в обращении, также должны храниться в эксикаторе.

3.5 В выделенном зерне определяют влажность с помощью электровлагомеров по ГОСТ 8.434 для выбора варианта метода и установления продолжительности подсушивания.

3.6 Для зерна с влажностью до 17 % определение проводят без предварительного подсушивания. Для зерна с влажностью свыше 17 % определение проводят с предварительным подсушиванием до остаточной влажности в пределах 9—17 %. Для зерна овса и кукурузы предварительное подсушивание проводят при влажности свыше 15,5 %.

4 Проведение испытания

4.1 Перед началом испытаний зерно тщательно перемешивают, встряхивая сосуд в разных направлениях и плоскостях.

4.2 Определение влажности с предварительным подсушиванием

4.2.1 В просушенную и взвешенную сетчатую бюксу из подготовленного зерна для определения влажности из разных мест отбирают совком навеску зерна массой 20,00. Бюксу закрывают и взвешивают.

4.2.2. Перед подсушиванием зерна сушильный шкаф разогревают до температуры $110 ^\circ\text{C}$.

4.2.3 Бюксы с навесками зерна помещают в сушильный шкаф при температуре $110 ^\circ\text{C}$ и сушат при $105 ^\circ\text{C}$, для чего подвижный контакт термометра устанавливают на $105 ^\circ\text{C}$. Свободные гнезда шкафа закрывают заглушками. Продолжительность восстановления температуры до $105 ^\circ\text{C}$ в камере СЭШ-3М после загрузки в нее бюксы с навесками не должна превышать 4 мин. Продолжительность подсушивания навесок зерна в зависимости от влажности, предварительно определенной с помощью электровлагомера, устанавливают по таблице 1.

Таблица 1

Наименование культуры	Продолжительность подсушивания (с момента восстановления температуры 105 °С в камере СЭШ-3М), мин, при влажности, %		
	до 25	от 25 до 35	более 35
Пшеница, рожь, овес, просо, сорго, гречиха, ячмень, рис-зерно	7	12	30
Кукуруза, фасоль, горох, нут	15	25	40
Чина, вика, чечевица	15	25	25

Примечание. При одновременном предварительном подсушивании зерна одной или нескольких культур с различной исходной влажностью допускается продолжительность подсушивания, установленная в таблице для испытуемого зерна с максимальной исходной влажностью. При этом предварительное подсушивание кукурузы, фасоли, гороха, нута с исходной влажностью свыше 35 % должно проводиться отдельно от всех других культур в течение регламентированных 40 мин.

4.2.4 По окончании предварительного подсушивания бюксы с зерном вынимают и охлаждают с помощью охладителя типа АУО в течение 5 мин, после чего взвешивают и зерно измельчают.

4.2.5 Сушильный шкаф СЭШ-3М во время охлаждения бюкс с зерном готовят к дальнейшей работе следующим образом:

контактный термометр переключают на температуру 130 °С и оставляют включенным до конца измельчения навесок зерна;

при достижении в камере сушильного шкафа температуры 130 °С отключают контактный термометр и разогревают шкаф до температуры 140 °С.

4.2.6 Подсушенную и охлажденную навеску зерна переносят из сетчатых бюксов в мельницу и измельчают: зерно пшеницы, ржи, риса-зерна, гречихи, проса, сорго, кукурузы, гороха, фасоли, чечевицы, вики, нута, чины — 30 с, зерно ячменя, овса, люпина — 60 с.

Крупность помола периодически (не реже одного раза в десять дней) контролируют просеиванием навесок на ситах № 1 и 08 на гладкой поверхности без встряхивания сит в течение 3 мин при 110—120 круговых движениях в минуту или на лабораторном рассеве в течение 5 мин при частоте вращения 180—200 об./мин. При этом остаток на сите № 1 должен быть не более 5 %, проход через сито № 08 — не менее 50 %. Если регламентируемая крупность не обеспечивается, следует увеличить продолжительность размолота.

4.2.7 Из эксикатора извлекают две чистые просушенные металлические бюксы и взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

4.2.8 Измельченное зерно сразу переносят в две металлические бюксы и массу каждой навески доводят до 5,00 г, после чего взвешенные бюксы с зерном закрывают и помещают в эксикатор.

4.2.9 Контактный термометр переключают на температуру 130 °С, и в шкаф быстро помещают бюксы с навесками размолотого зерна, причем сначала в гнездо ставят крышку, а на крышку — бюксу. Свободные гнезда шкафа заполняют пустыми бюксами. Измельченное зерно всех культур, кроме кукурузы, высушивают в течение 40 мин, измельченное зерно кукурузы — в течение 60 мин, стержни кукурузы — в течение 40 мин, отсчет времени ведется с момента установления температуры 130 °С.

4.2.10 По истечении экспозиции высушивания бюксы с измельченным зерном извлекают из шкафа, закрывают крышками и переносят в эксикатор до полного охлаждения, примерно на 20 мин (но не более 2 ч). Охлажденные бюксы с измельченным зерном взвешивают с точностью до второго десятичного знака и ставят в эксикатор до конца подсчетов.

4.3 Определение влажности без предварительного подсушивания

4.3.1 Из зерна, подготовленного для определения влажности, выделяют навеску массой 20 г и измельчают в соответствии с требованиями 4.2.6.

4.3.2 Выделение проб и их обезвоживание производят в последовательности, указанной в 4.2.7—4.2.10.

4.4 Определение влажности кукурузы в початках

4.4.1 Влажность кукурузы определяют в отдельности для зерна и стержней.

4.4.2 Среднюю пробу кукурузы в початках (10 початков) обмолачивают, зерно тщательно перемешивают и выделяют пробу зерна массой 50 г. В зависимости от влажности (измеренной элек-

троволагомером) определяют содержание влаги в зерне в последовательности и режимах высушивания, указанных в 4.2 и 4.3.

4.4.3 Для стержней кукурузы определение влажности проводится без предварительного подсушивания.

4.4.4 Влажность стержней кукурузы определяют по трем из десяти стержней (отобранных через каждый третий), полученных в результате лабораторного обмолота средней пробы кукурузы в початках.

4.4.5 Отобранные три стержня поочередно измельчают на лабораторной дробилке ДСК. Размол за один пропуск должен обеспечить получение измельченной массы стержней с содержанием не менее 40 % частиц проходом через сито с круглыми отверстиями диаметром 5,0 мм.

Допускается измельчение стержней кукурузы проводить вручную. Для этого от концов каждого из трех стержней, освобожденных от зерен, отрезают (ножом или пилой) по кусочку длиной 2 см и отбрасывают их, затем от оставшейся части каждого стержня отрезают три кусочка (по одному с концов и в средней части) длиной 3 см каждый и после предварительного разрезания на мелкие части направляют для определения влажности.

4.4.6 Выделение навесок измельченных стержней и их высушивание проводят в соответствии с требованиями 4.2.8—4.2.10.

5 Обработка результатов

5.1 Влажность зерна и стержней кукурузы (X) без предварительного подсушивания в процентах вычисляют по формуле

$$X = 20 (m_1 - m_2),$$

где m_1 — масса навески размолотого зерна или стержней до высушивания, г;

m_2 — масса навески размолотого зерна или стержней после высушивания, г.

Результаты вычислений записывают до второго десятичного знака.

5.2 Влажность зерна при определении с предварительным подсушиванием (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - m_1 \cdot m_2,$$

где m_1 — масса пробы целого зерна после предварительного подсушивания, г;

m_2 — масса навески размолотого зерна после высушивания, г.

Промежуточные вычисления по формуле проводят до четвертого десятичного знака, а результат записывают до второго десятичного знака. Например, при массе навески целого зерна после предварительного подсушивания 16,37 г и при массе навески размолотого зерна после высушивания 4,46 г рассчитываемая влажность зерна составит:

$$X_1 = 100 - 4,46 \times 16,37 = 100 - 73,0102 = 26,99 \, \%.$$

5.3 Влажность кукурузы в початках обозначается дробью, в которой влажность зерна указывают в числителе, стержней — в знаменателе.

5.4 Пересчет влажности на всю партию кукурузы в початках проводят, исходя из массового соотношения зерна и стержней, например: при влажности зерна 20 %, стержней — 24 % и соотношении зерна и стержней 77:23 влажность кукурузы в початках будет равняться:

$$\frac{(20 \times 77) + (24 \times 23)}{100} = 20,92 \, \%.$$

5.5 Допускаемое расхождение результатов двух параллельных определений не должно превышать 0,2 %. При превышении допускаемого расхождения результатов двух параллельных определений испытание повторяют.

5.6 За окончательный результат определения влажности зерна принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и в документе о качестве проставляют это значение, округленное до первого десятичного знака.

5.7 Округление полученных результатов анализа для проставления в документах о качестве зерна проводят следующим образом: если первая из отбрасываемых цифр (считая слева направо) меньше 5, то последняя сохраняемая цифра не меняется; если равна или больше 5, то увеличивается на единицу.

5.8 В документе о качестве результаты определения влажности проставляют без округления.

5.9 При контрольных определениях влажности допускаемые расхождения (в процентах) между контрольным и первоначальным определениями не должны превышать:

0,5 — для зерновых культур (кроме кукурузы в зерне);

0,7 — для кукурузы в зерне и бобовых культур;

0,8 — для стержней кукурузы.

5.10 Если при контрольном определении влажности полученные результаты превышают пределы допускаемых расхождений, указанные в 5.9, то результат контрольного определения влажности принимают за окончательный.

5.11 Погрешность результатов воздушно-теплого метода определения влажности по сравнению с образцовым вакуумно-тепловым методом приведена в приложении.

ПРИЛОЖЕНИЕ
(справочное)

Погрешность результатов определения влажности воздушно-тепловым методом по сравнению с образцовым вакуумно-тепловым методом по ГОСТ 8.432—81

Наименование культуры	Погрешность метода, %	Систематическая составляющая погрешности метода, %*
Просо, гречиха, рие-зерно, сорго	$\pm 0,5$	+ 0,20
Пшеница, рожь, ячмень	$\pm 0,5$	+ 0,35
Овес	$\pm 0,5$	+ 0,45
Вика, горох, нут, чина, фасоль, чечевица	$\pm 0,7$	+ 0,55
Кукуруза в зерне	$\pm 0,7$	+ 0,55
Стержни кукурузы	$\pm 0,8$	+ 0,60
* Служит для обеспечения единства определения влажности зерна с применением различных экземпляров СЭШ-3М, а также электровлагомеров зерна.		

Погрешность метода установлена для зерна с содержанием сорной примеси не более 1,0 %, не имеющего поврежденных зерен.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 8.432—81	Приложение
ГОСТ 8.434—81	3,5
ГОСТ 450—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9871—75	2
ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 25336—82	2
ТУ 14—4—1374—86	2
ТУ 23.2.2068—89	2
ТУ 25—1819.0021	2