МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ΓΟCT 10847— 2019

3EPHO

Методы определения зольности

Издание официальное



Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна и продуктов его переработки филиалом ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИЗ филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)
 - 2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии
- 3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны | Код страны по | Сокращенное наименование национального |
|-----------------------------|----------------------|--|
| по МК (ИСО 3166) 004—97 | МК (ИСО 3166) 004—97 | органа по стандартизации |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

- 4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 августа 2019 г. № 523-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10847—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2020 г.
 - 5 B3AMEH FOCT 10847-74

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019



В Российской Федерации 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 | 1 |
|---|---|----|
| 2 | Нормативные ссылки | 1 |
| 3 | Термины и определения | 2 |
| 4 | Сущность методов | 2 |
| 5 | Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы | 2 |
| 6 | Проведение испытания | 3 |
| | Обработка результатов испытаний | |
| 8 | Прецизионность | .6 |
| | Требования к квалификации операторов | |
| |) Требования к условиям проведения испытаний | |
| | Отчет об испытании | |
| | рипожение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний | |

Поправка к ГОСТ 10847—2019 Зерно. Методы определения зольности

| В каком месте | Напечатано | | Должі | но быть |
|--|-------------|-----------|-------|-------------------------------------|
| Предисловие. Таблица согла- сования | | Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

3EPHO

Методы определения зольности

Grain. Methods for determination of ash content

Дата введения — 2020—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно и устанавливает методы определения зольности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-3*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6*4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

^{*} В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-1—2002.

^{**} В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-2—2002.

^{***} В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-3—2002.

^{*&}lt;sup>4</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-6—2002.

ГОСТ 13586.5 Зерно. Метод определения влажности

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

ГОСТ 27186 Зерно заготовляемое и поставляемое. Термины и определения

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на стандарт дана недатированная ссылка, то следует использовать стандарт, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого стандарта. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 27186, а также следующие термины с соответствующими определениями:

- 3.1 масса золы: Количество минеральных несгораемых веществ, полученных после сжигания навески, выраженное в граммах.
- 3.2 зольность (массовая доля золы): Отношение количества несгораемых минеральных веществ, полученных после сжигания навески (массы золы), к массе навески зерна, взятой для анализа, выраженное в процентах.
- 3.3 **первоначальное определение** (испытание): Результат показателя зольности в средней пробе зерна, внесенный в товаросопроводительный документ.
- 3.4 **контрольное определение** (испытание): Результат показателя зольности в средней пробе зерна, проводимого при возникновении разногласий в оценке зольности.

4 Сущность методов

Сущность методов определения зольности заключается в сжигании навески размолотого зерна с последующим количественным определением несгораемого остатка.

Изложенные в настоящем стандарте методы различаются между собой по способу озоления зерна:

- основной метод без применения ускорителей:
- методы с применением ускорителей:
- 1) со спиртовым раствором уксуснокислого магния,
- 2) с азотной кислотой:
- метод при высоких температурах печи.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

- 5.1 Мельница лабораторная, обеспечивающая крупность помола так, чтобы все размолотое зерно прошло при просеивании через сито № 08.
- 5.2 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 г.
- 5.3 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г.

5.4 Печь муфельная с системой контроля температуры и огнеупорной облицовкой, не растрескивающейся при температуре сжигания, обеспечивающая поддержание температуры (900 \pm 25) °C или (550 \pm 10) °C, или (1000 \pm 25) °C.

П р и м е ч а н и е — Помещение лаборатории, где проводится озоление, должно быть оснащено вытяжной вентиляцией воздуха.

- 5.5 Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.
- 5.6 Тигли фарфоровые № 3 или кварцевые по ГОСТ 9147, ГОСТ 19908.
- 5.7 Щипцы тигельные.
- 5.8 Пластинки стеклянные размером 20 × 20 см.
- 5.9 Пипетка исполнения 1. 1-го класса точности, вместимостью 5 см³ по ГОСТ 29227.
- 5.10 Часы сигнальные по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших настоящий стандарт, с прямым и обратным отсчетами времени и звуковым сигналом окончания отсчета заданного временного интервала.
 - 5.11 Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНС по ГОСТ 12026.
 - 5.12 Воронка стеклянная диаметром 56 мм по ГОСТ 25336.
 - 5.13 Совок лабораторный плоский.
 - 5.14 Кисть лабораторная.
 - 5.15 Подставка фарфоровая или металлическая.
 - 5.16 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
 - 5.17 Стержень металлический.
 - 5.18 Сито № 08 по ГОСТ 6613.
 - 5.19 Колба мерная вместимостью 100 см 3 по ГОСТ 1770.
 - 5.20 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., плотностью 1,2 г/см³.
 - 5.21 Спирт этиловый по ГОСТ 5962.
 - 5.22 Йод кристаллический по ГОСТ 4159.
 - 5.23 Спиртовой раствор уксуснокислого магния.

Магний уксуснокислый по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего настоящий стандарт, спиртовой раствор.

Для приготовления спиртового раствора взвешивают 1,61 г уксуснокислого магния, растворяют навеску в 100 см³ 96 %-ного этилового спирта (см. 5.21), добавляют в раствор 1—2 кристаллика йода (см. 5.22), перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

Спиртовой раствор уксуснокислого магния хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в сухом, прохладном и темном месте не более двух месяцев.

5.24 Шкаф вытяжной лабораторный.

П р и м е ч а н и е — Допускается применять другие средства измерения и вспомогательное оборудование, имеющие аналогичные метрологические характеристики, а также реактивы по качеству не ниже указанных.

6 Проведение испытания

- 6.1 Отбор проб по ГОСТ **13586**.3.
- 6.2 Из средней пробы делителем или вручную выделяют 30—50 г зерна (взвешивают на весах по 5.2), очищают его от сорной примеси согласно стандарту на анализируемую культуру, оставляя испорченные зерна, и размалывают на лабораторной мельнице.
- 6.3 Размолотое зерно высыпают на стеклянную пластинку и двумя плоскими совками смешивают и разравнивают его, затем придавливают другим стеклом такого же размера, чтобы размолотое зерно распределилось ровным слоем толщиной 3—4 мм.

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

6.4 Для пересчета на сухое вещество определяют влажность размолотого зерна по ГОСТ 13586.5.

6.5 Подготовка тиглей к испытанию

После проведения анализа тигли очищают кистью, а затем, при необходимости (осадок на стенках тигля), промывают водопроводной водой и/или кипятят в водопроводной воде в течение 15 мин, после чего тигли промывают дистиллированной водой и прокаливают в муфельной печи при температуре 900 °C до постоянного веса тигля.

6.6 Метод озоления зерна без применения ускорителей (основной метод)

6.6.1 Взвешивают на весах по 5.3 тигли с навесками, после чего рассчитывают точную массу навески $m_{\scriptscriptstyle \rm H}$, г, по формуле

$$m_{\mathsf{H}} = m_{\mathsf{TH}} - m_{\mathsf{T}},\tag{1}$$

где m_{TH} — масса тигля с навеской, г;

 $m_{\rm T}$ — масса пустого тигля, г.

6.6.2 Взвешенные на весах по 5.3 тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой от 400 °C до 500 °C (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов озоления. После прекращения выделения продуктов озоления тигли задвигают в муфель и закрывают дверцу, затем муфель нагревают от 600 °C до 900 °C (ярко-красное каление).

Озоление ведут до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым, после чего тигли переносят в эксикатор для охлаждения при температуре окружающей среды.

После охлаждения в эксикаторе тигли взвешивают на весах по 5.3, затем вторично прокаливают не менее 20 мин в муфельной печи при температуре от 600 °C до 900 °C. 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 еще раз. В случае увеличения массы тиглей с золой после повторного прокаливания выбирают меньшее значение массы.

6.7 Методы озоления зерна с применением ускорителей

6.7.1 Озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния

Осуществляют проверку ускорителя (см. 5.23). Для этого в два чистых и прокаленных до постоянной массы тигля наливают пипеткой по 3 см³ ускорителя и поджигают содержимое тиглей горящей ватой, надетой на металлический стержень и предварительно смоченной спиртом, соблюдая правила пожарной безопасности.

После сгорания ускорителя тигли ставят в муфельную печь и прокаливают 20 мин при температуре от 600 °C до 900 °C, затем тигли охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах по 5.3. Массу золы ускорителя $m_{\rm av}$, г, вычисляют по формуле

$$m_{\rm 3y} = m_{\rm Ty} - m_{\rm T} \tag{2}$$

где $m_{_{
m TV}}$ — масса тигля после прокаливания с ускорителем, г;

 $m_{\scriptscriptstyle \sf T}$ — масса пустого тигля, г.

Массу навески определяют по 6.6.1.

В каждый взвешенный тигель с навеской добавляют пипеткой по 3 см³ спиртового раствора уксуснокислого магния.

По истечении 1—2 мин, после того как вся навеска пропиталась ускорителем, тигли помещают на металлическую или фарфоровую подставку непосредственно в вытяжном шкафу и поджигают содержимое тиглей горящей ватой, надетой на металлический стержень и предварительно смоченной спиртом

После выгорания ускорителя тигли помещают у дверцы муфельной печи или переносят на откинутую дверцу муфеля, нагретого от 600 °C до 900 °C (ярко-красное каление), затем постепенно задвигают тигли в муфель. Прокаливание ведут примерно в течение часа до полного исчезновения черных частиц.

После окончания озоления тигли охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают на весах по 5.3.

6.7.2 Озоление с азотной кислотой

Массу навески определяют по 6.6.1.

Взвешенные на весах по 5.3 тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи (или на дверцу, если она откидывается), нагретой от 400 °C до 500 °C (темно-красное каление), и обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов озоления.

После прекращения выделения продуктов озоления тигли задвигают в муфельную печь и закрывают дверцу. Озоление ведут до превращения содержимого тиглей в рыхлую массу золы серого цвета.

После этого тигли охлаждают на воздухе до комнатной температуры, и их содержимое смачивают тремя-пятью каплями азотной кислоты (см. 5.20). 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 от 600 °C до 900 °C (ярко-красное каление), закрывают дверцу и ведут озоление в течение 20—30 мин.

Если после озоления на дне тигля не видно темных точек, озоление считают законченным. В противном случае, озоление продолжают до полного сгорания.

После окончания озоления тигли охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают на весах по 5.3.

Предупреждение — Все работы, связанные со сжиганием пробы и химическими реактивами, необходимо проводить в вытяжном шкафу, соблюдая правила противопожарной безопасности и личной гигиены с использованием индивидуальных средств защиты (ГОСТ 12.0.004, ГОСТ 12.1.004).

6.8 Метод озоления при высоких температурах печи

- 6.8.1 Массу навески определяют по 6.6.1.
- 6.8.2 Озоление зерна проводят последовательно в двух муфельных печах с различной степенью максимального накала.

Для первичного озоления взвешенные тигли с навесками помещают на 5— 10 мин у дверцы муфельной печи с меньшей степенью накаливания (от 400 °C до 500 °C). После прекращения выделения продуктов озоления тигли на 40—50 мин продвигают в глубь печи, нагретой от 400 °C до 500 °C (темнокрасное каление). На место продвинутых тиглей устанавливают другие 5—6 тиглей и так до полного заполнения печи.

После первичного озоления все тигли переносят в муфельную печь с большей степенью накаливания, нагретую до 950 °C (оранжевое каление), где происходит озоление продукта в течение 30 мин. После этого озоление заканчивают. Тигли с озоленными навесками охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7 Обработка результатов испытаний

7.1 Массу золы m_3 , г, полученную после сжигания навески зерна, вычисляют по формуле

$$m_3 = m_1 - m_2, (3)$$

где m_1 — масса тигля после озоления, г;

 m_2 — масса пустого тигля, г.

7.2 Зольность зерна X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_3}{m_H} 100,$$
 (4)

где m_3 — масса золы, г;

 $m_{\rm H}$ — масса навески зерна, г;

100 — коэффициент пересчета, равный 100 %.

7.3 Зольность зерна в пересчете на сухое вещество X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3 100 \cdot 100}{m_{\rm H}(100 - W)},\tag{5}$$

где $m_{_3}$ — масса золы, г;

 $m_{\rm H}$ — масса навески зерна, г;

W — влажность зерна, %;

100 — коэффициент пересчета, равный 100 %.

7.4 При озолении навески зерна с уксуснокислым магнием зольность X_3 , %, вычисляют по формуле

$$X_{3} = \frac{(m_{0} - m_{y})}{m_{H}} 100, \tag{6}$$

где $m_{\rm o}$ — общая масса золы (массы золы навески и золы ускорителя), г;

 $\emph{m}_{_{
m V}}$ — масса золы ускорителя, г;

 $m_{\rm H}$ — масса навески зерна, г;

100 — коэффициент пересчета, равный 100 %.

7.5 При озолении навески зерна с уксуснокислым магнием зольность в пересчете на сухое вещество X_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_0 - m_y)100 \cdot 100}{m_H(100 - W)},\tag{7}$$

где $m_{
m o}$ — общая масса золы (масса золы навески и масса ускорителя), г;

 $m_{\rm v}$ — масса золы ускорителя, г;

 $m_{\rm H}$ — масса навески зерна, г;

W — влажность зерна, %.

100 — коэффициент пересчета, равный 100 %.

- 7.6 При озолении с азотной кислотой зольность вычисляют в соответствии с 7.4 и 7.5.
- 7.7 При озолении при высоких температурах печи зольность вычисляют в соответствии с 7.2 и 7.3.
- 7.8 Вычисления проводят до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %.
- 7.9 Округление результатов испытаний проводят следующим образом: если первая отбрасываемая цифра меньше пяти, то последнюю сохраняемую цифру не меняют; если же первая отбрасываемая цифра больше или равна пяти, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу.
- 7.10 Результаты определения зольности проставляют в товаросопроводительных документах с точностью до второго десятичного знака.
- 7.11 Контрольные определения зольности проводят методом озоления без применения ускорителя.
- 7.12 При контрольных определениях зольности допускаемое расхождение между контрольным и первоначальным определениями (среднеарифметическим значением результатов двух параллельных определений) не должно превышать 0.1 %.

При контрольном определении за окончательный результат испытания принимают результат первоначального определения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального определений не превышает допускаемого значения. Если расхождение превышает допускаемое значение, то за окончательный результат испытания принимают результат контрольного определения.

8 Прецизионность

8.1 Межлабораторные испытания

На основании результатов межлабораторных испытаний были получены значения пределов повторяемости r и воспроизводимости R. Статистическая обработка полученных данных проводилась в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-6. Результаты испытаний приведены в приложении A.

Значения, полученные при данных межлабораторных испытаниях, могут не быть применимыми к другим диапазонам зольности, кроме представленных в приложении А.

8.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными за короткий промежуток времени одним методом на одном испытуемом образце в одной лаборатории одним и тем же оператором, работавшим на одном и том же оборудовании, не более чем в 5 % случаев будет больше значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

| Анализи- руемый продукт | Диапазон измерений зольности, % | СКО* повторяемости <i>S_r</i> | СКО воспроизводи- мости <i>S_R</i> | Предел повторяемости <i>r</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | Предел воспроизводи-мо- сти <i>R</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | Границы абсолютной погрешности метода $\pm \Delta$, при $P = 0.95$, % |
|-------------------------------|---------------------------------------|---|---|--|--|---|
| | - | Основной | метод без при ме | нения ускорителе | й | |
| Пшеница | 1,54—2,44 | 0,010 | 0,028 | 0,028 | 0,078 | 0,055 |
| Рожь | 1,43—2,04 | 0,008 | 0,023 | 0,023 | 0,065 | 0,045 |
| Тритикале | 1,56—2,06 | 0,009 | 0,018 | 0,025 | 0,051 | 0,035 |
| | Мет | од озоления со | спиртовым раств | ором уксуснокисл | ого магния | |
| Пшеница | 1,53—2,43 | 0,010 | 0,028 | 0,029 | 0,078 | 0,054 |
| Рожь | 1,41—2,09 | 0,009 | 0,025 | 0,026 | 0,070 | 0,049 |
| Тритикале | 1,54—2,01 | 0,011 | 0,020 | 0,029 | 0,056 | 0,040 |
| | | Мето | од озоления с азо | тной кислотой | | |
| Пшеница | 1,542,43 | 0,009 | 0,023 | 0,026 | 0,064 | 0,045 |
| Рожь | 1,42—2,10 | 0,011 | 0,026 | 0,031 | 0,072 | 0,050 |
| Тритикале | 1,55—2,01 | 0,009 | 0,019 | 0,026 | 0,054 | 0,038 |
| | | Метод озол | пения при высоких | к температурах пе | ечи | |
| Пшеница | 1,53—2,41 | 0,008 | 0,024 | 0,022 | 0,067 | 0,047 |
| Рожь | 1,45—2,11 | 0,008 | 0,027 | 0,023 | 0,076 | 0,053 |
| Тритикале | 1,54—2,05 | 0,009 | 0,021 | 0,026 | 0,057 | 0,040 |
| * Сред | цнеквадрати че с | ское отклонени | e | | | |

Значение предела повторяемости г рассчитывают по формуле

$$r = 2.8S_r \tag{8}$$

где S_r — стандартное отклонение повторяемости.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными одним методом на одном испытуемом образце в разных лабораториях разными операторами, работавшими на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев будет больше значений, приведенных в таблице 1. Значение предела воспроизводимости *R* вычисляют по формуле

$$R = 2.8S_R, \tag{9}$$

где S_R — стандартное отклонение воспроизводимости.

8.4 Показатель точности

Данные по оценке точности были получены на основании результатов эксперимента, проведенного в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2, с участием трех лабораторий на 15 пробах зерна пшеницы, ржи и тритикале.

На основании результатов межлабораторных испытаний абсолютная погрешность Δ равна \pm 1,96 значения стандартного отклонения воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95:

$$\Delta = \pm 1,96S_R,\tag{10}$$

где S_R —стандартное отклонение воспроизводимости.

9 Требования к квалификации операторов

Для выполнения процедуры по определению зольности должны допускаться лица с образованием не ниже начального профессионального, имеющие профессиональную подготовку, опыт работы и обученные работе с соответствующими аппаратурой и реактивами.

10 Требования к условиям проведения испытаний

11 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб (если известен);
- используемый метод проведения испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все подробности работы, не указанные в настоящем стандарте, или те, которые рассматриваются как дополнительные, но могут повлиять на результат(ы);
 - полученный(е) результат(ы) испытания;
 - информацию о расчете зольности [с пересчетом (или без) на сухое вещество].

ГОСТ 10847—2019

Приложение A (справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания были проведены в трех лабораториях на 15 пробах зерна пшеницы, 15 пробах зерна ржи и 15 пробах зерна тритикале, каждая в трех повторностях.

Таблица А.1 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна пшеницы (основной метод)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | нее |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},\%$ | 1,73 | 1,75 | 1,76 | 1,70 | 2,10 | 1,90 | 1,59 | 2,41 | 1,86 | 1,83 | 1,65 | 1,96 | 1,59 | 1,91 | 1,70 | 1,83 |
| СКО повторяемости S, | 0,005 | 0,006 | 0,012 | 0,021 | 0,008 | 0,006 | 0,013 | 0,010 | 0,011 | 0,016 | 0,010 | 0,005 | 0,010 | 0,009 | 0,010 | 0,010 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_{r} | 0,003 | 0,003 | 0,007 | 0,012 | 0,004 | 0,003 | 0,008 | 0,004 | 0,006 | 0,009 | 0,006 | 0,002 | 0,006 | 0,005 | 0,006 | 0,006 |
| Предел повторяемости <i>r</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | 0,013 | 0,017 | 0,034 | 0,059 | 0,022 | 0,018 | 0,037 | 0,028 | 0,030 | 0,044 | 0,027 | 0,014 | 0,027 | 0,026 | 0,029 | 0,028 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,036 | 0,030 | 0,032 | 0,031 | 0,014 | 0,029 | 0,036 | 0,024 | 0,034 | 0,026 | 0,021 | 0,025 | 0,018 | 0,033 | 0,035 | 0,028 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\cal R}$ | 0,021 | 0,017 | 0,018 | 0,018 | 0,007 | 0,015 | 0,023 | 0,010 | 0,018 | 0,014 | 0,013 | 0,013 | 0,011 | 0,017 | 0,021 | 0,016 |
| Предел воспроизводимости <i>R</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | 0,100 | 0,085 | 0,090 | 0,087 | 0,040 | 0,082 | 0,100 | 0,066 | 0,094 | 0,074 | 0,058 | 0,070 | 0,050 | 0,092 | 0,099 | 0,078 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при P = 0,95, % | 0,070 | 0,059 | 0,063 | 0,061 | 0,028 | 0,057 | 0,062 | 0,047 | 0,066 | 0,052 | 0,041 | 0,049 | 0,035 | 0,064 | 0,069 | 0,055 |

→ Таблица А.2 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна пшеницы (озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее значение |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{ m cp},~\%$ | 1,72 | 1,76 | 1,76 | 1,73 | 2,10 | 1,86 | 1,58 | 2,40 | 1,87 | 1,84 | 1,65 | 1,96 | 1,58 | 1,95 | 1,71 | 1,83 |
| СКО повторяемости S_r | 0,007 | 0,006 | 0,009 | 0,009 | 0,012 | 0,013 | 0,009 | 0,010 | 0,012 | 0,012 | 0,014 | 0,009 | 0,010 | 0,014 | 0,010 | 0,010 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,004 | 0,004 | 0,005 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,006 | 0,004 | 0,006 | 0,006 | 0,008 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,006 | 0,006 |
| Предел повторяемости r , при $P=0,95,\%$ | 0,020 | 0,018 | 0,024 | 0,025 | 0,033 | 0,036 | 0,026 | 0,029 | 0,034 | 0,033 | 0,039 | 0,026 | 0,028 | 0,040 | 0,028 | 0,029 |
| СКО воспроизводимости S_R | 0,034 | 0,029 | 0,027 | 0,031 | 0,028 | 0,024 | 0,035 | 0,027 | 0,031 | 0,024 | 0,027 | 0,018 | 0,015 | 0,035 | 0,031 | 0,028 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,020 | 0,017 | 0,015 | 0,018 | 0,013 | 0,013 | 0,022 | 0,011 | 0,017 | 0,013 | 0,017 | 0,009 | 0,009 | 0,018 | 0,018 | 0,015 |
| Предел воспроизводимости R , при $P=0.95, \%$ | 0,095 | 0,081 | 0,075 | 0,087 | 0,078 | 0,067 | 0,098 | 0,076 | 0,088 | 0,067 | 0,076 | 0,049 | 0,042 | 0,099 | 0,086 | 0,078 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при P = 0,95, % | 0,067 | 0,057 | 0,053 | 0,061 | 0,055 | 0,047 | 0,069 | 0,053 | 0,062 | 0,047 | 0,053 | 0,035 | 0,029 | 0,069 | 0,060 | 0,054 |

Таблица А.3 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна пшеницы (озоление с азотной кислотой)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | днее |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Средн |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{ m cp},~\%$ | 1,73 | 1,76 | 1,77 | 1,73 | 2,10 | 1,89 | 1,59 | 2,41 | 1,86 | 1,84 | 1,66 | 1,96 | 1,58 | 1,95 | 1,71 | 1,84 |
| СКО повторяемости S_r | 0,010 | 0,008 | 0,007 | 0,011 | 0,010 | 0,008 | 0,009 | 0,009 | 0,011 | 0,012 | 0,006 | 0,009 | 0,009 | 0,012 | 0,010 | 0,009 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,006 | 0,005 | 0,004 | 0,006 | 0,005 | 0,004 | 0,006 | 0,004 | 0,006 | 0,007 | 0,004 | 0,005 | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при $P=0,95,\%$ | 0,029 | 0,024 | 0,020 | 0,030 | 0,028 | 0,022 | 0,025 | 0,025 | 0,030 | 0,035 | 0,018 | 0,026 | 0,026 | 0,034 | 0,027 | 0,026 |

Окончание таблицы А.З

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | не |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,021 | 0,027 | 0,008 | 0,031 | 0,018 | 0,024 | 0,033 | 0,012 | 0,025 | 0,026 | 0,025 | 0,018 | 0,016 | 0,025 | 0,032 | 0,023 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,012 | 0,015 | 0,005 | 0,018 | 0,009 | 0,013 | 0,021 | 0,005 | 0,014 | 0,014 | 0,015 | 0,009 | 0,010 | 0,013 | 0,019 | 0,013 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,059 | 0,076 | 0,023 | 0,086 | 0,051 | 0,066 | 0,094 | 0,034 | 0,071 | 0,073 | 0,071 | 0,049 | 0,044 | 0,070 | 0,089 | 0,064 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,041 | 0,053 | 0,016 | 0,060 | 0,036 | 0,046 | 0,065 | 0,024 | 0,050 | 0,051 | 0,050 | 0,035 | 0,031 | 0,049 | 0,063 | 0,045 |

Таблица А.4 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна пшеницы (озоление при высоких температурах печи)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | нее |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее значение |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp}$, % | 1,75 | 1,79 | 1,76 | 1,72 | 2,11 | 1,91 | 1,63 | 2,38 | 1,88 | 1,85 | 1,65 | 1,97 | 1,57 | 1,96 | 1,71 | 1,84 |
| СКО повторяемости S _r | 0,009 | 0,009 | 0,006 | 0,011 | 0,006 | 0,007 | 0,011 | 0,009 | 0,004 | 0,006 | 0,006 | 0,009 | 0,009 | 0,009 | 0,007 | 0,008 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,005 | 0,005 | 0,003 | 0,006 | 0,003 | 0,003 | 0,007 | 0,004 | 0,002 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,006 | 0,004 | 0,004 | 0,004 |
| Предел повторяемости r , при $P = 0.95, \%$ | 0,026 | 0,025 | 0,016 | 0,031 | 0,017 | 0,018 | 0,030 | 0,025 | 0,011 | 0,018 | 0,018 | 0,025 | 0,026 | 0,024 | 0,019 | 0,022 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,018 | 0,019 | 0,022 | 0,028 | 0,023 | 0,027 | 0,023 | 0,016 | 0,026 | 0,027 | 0,024 | 0,022 | 0,028 | 0,024 | 0,031 | 0,024 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\cal R}$ | 0,010 | 0,011 | 0,013 | 0,016 | 0,011 | 0,014 | 0,014 | 0,007 | 0,014 | 0,015 | 0,015 | 0,011 | 0,018 | 0,012 | 0,018 | 0,013 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,051 | 0,054 | 0,062 | 0,079 | 0,064 | 0,077 | 0,066 | 0,046 | 0,074 | 0,076 | 0,068 | 0,062 | 0,077 | 0,067 | 0,085 | 0,067 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,036 | 0,038 | 0,044 | 0,055 | 0,045 | 0,054 | 0,046 | 0,032 | 0,052 | 0,053 | 0,047 | 0,044 | 0,054 | 0,047 | 0,060 | 0,047 |

📆 Таблица А.5— Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна ржи (основной метод)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | тнее эние |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее значение |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{ m cp},~\%$ | 1,76 | 1,77 | 1,82 | 1,82 | 1,88 | 1,98 | 1,88 | 1,88 | 1,73 | 1,45 | 1,64 | 1,80 | 1,99 | 1,70 | 1,81 | 1,80 |
| СКО повторяемости S_r | 0,005 | 0,006 | 0,008 | 0,008 | 0,012 | 0,016 | 0,007 | 0,005 | 0,008 | 0,008 | 0,006 | 0,008 | 0,010 | 0,008 | 0,007 | 0,008 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,006 | 0,008 | 0,004 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,004 | 0,005 | 0,005 | 0,005 | 0,004 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при $P=0,95,~\%$ | 0,013 | 0,017 | 0,023 | 0,023 | 0,033 | 0,044 | 0,021 | 0,015 | 0,022 | 0,021 | 0,017 | 0,023 | 0,028 | 0,024 | 0,020 | 0,023 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,019 | 0,022 | 0,027 | 0,030 | 0,017 | 0,027 | 0,024 | 0,011 | 0,028 | 0,011 | 0,015 | 0,035 | 0,014 | 0,034 | 0,033 | 0,023 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,011 | 0,013 | 0,015 | 0,017 | 0,009 | 0,014 | 0,013 | 0,006 | 0,016 | 0,008 | 0,009 | 0,019 | 0,007 | 0,020 | 0,018 | 0,013 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,053 | 0,063 | 0,076 | 0,085 | 0,049 | 0,077 | 0,067 | 0,030 | 0,079 | 0,031 | 0,043 | 0,097 | 0,039 | 0,094 | 0,093 | 0,065 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при P = 0,95,% | 0,037 | 0,044 | 0,053 | 0,060 | 0,034 | 0,054 | 0,047 | 0,021 | 0,055 | 0,022 | 0,030 | 0,068 | 0,027 | 0,066 | 0,065 | 0,045 |

Таблица А.6 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зернаржи (озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее значение |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{ m cp},~\%$ | 1,76 | 1,76 | 1,83 | 1,86 | 1,87 | 1,98 | 1,89 | 1,89 | 1,74 | 1,45 | 1,65 | 1,77 | 2,00 | 1,68 | 1,81 | 1,797 |
| СКО повторяемости S_r | 0,008 | 0,005 | 0,006 | 0,006 | 0,008 | 0,011 | 0,013 | 0,008 | 0,010 | 0,009 | 0,011 | 0,006 | 0,024 | 0,006 | 0,009 | 0,009 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,005 | 0,003 | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,007 | 0,004 | 0,006 | 0,007 | 0,007 | 0,004 | 0,012 | 0,004 | 0,005 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при P = 0,95, % | 0,023 | 0,014 | 0,017 | 0,017 | 0,022 | 0,030 | 0,036 | 0,023 | 0,027 | 0,027 | 0,031 | 0,018 | 0,066 | 0,017 | 0,025 | 0,026 |
| СКО воспроизводимости S_R | 0,022 | 0,021 | 0,032 | 0,019 | 0,020 | 0,013 | 0,027 | 0,032 | 0,023 | 0,023 | 0,024 | 0,015 | 0,034 | 0,026 | 0,043 | 0,025 |

Окончание таблицы А.6

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,013 | 0,012 | 0,018 | 0,010 | 0,010 | 0,007 | 0,014 | 0,017 | 0,013 | 0,016 | 0,015 | 0,009 | 0,017 | 0,016 | 0,024 | 0,014 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,062 | 0,060 | 0,091 | 0,054 | 0,055 | 0,038 | 0,076 | 0,089 | 0,066 | 0,064 | 0,068 | 0,043 | 0,096 | 0,074 | 0,120 | 0,070 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,043 | 0,042 | 0,063 | 0,038 | 0,038 | 0,026 | 0,053 | 0,062 | 0,046 | 0,045 | 0,048 | 0,030 | 0,067 | 0,052 | 0,084 | 0,049 |

Таблица А.7 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зернаржи (озоление с азотной кислотой)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | днее эние |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее значение |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},\%$ | 1,77 | 1,77 | 1,78 | 1,73 | 2,05 | 1,88 | 1,60 | 2,06 | 1,86 | 1,84 | 1,66 | 1,95 | 1,57 | 1,94 | 1,69 | 1,81 |
| СКО повторяемости S _r | 0,011 | 0,011 | 0,006 | 0,007 | 0,010 | 0,006 | 0,008 | 0,034 | 0,021 | 0,012 | 0,006 | 0,007 | 0,010 | 0,010 | 0,008 | 0,011 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,006 | 0,006 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,003 | 0,005 | 0,017 | 0,011 | 0,007 | 0,004 | 0,003 | 0,007 | 0,005 | 0,005 | 0,006 |
| Предел повторяемости <i>r</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | 0,030 | 0,031 | 0,016 | 0,019 | 0,027 | 0,016 | 0,022 | 0,096 | 0,058 | 0,035 | 0,018 | 0,018 | 0,029 | 0,028 | 0,024 | 0,031 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,030 | 0,017 | 0,013 | 0,035 | 0,021 | 0,023 | 0,023 | 0,041 | 0,036 | 0,026 | 0,025 | 0,023 | 0,030 | 0,020 | 0,021 | 0,026 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,017 | 0,010 | 0,007 | 0,020 | 0,010 | 0,012 | 0,014 | 0,020 | 0,019 | 0,014 | 0,015 | 0,012 | 0,019 | 0,010 | 0,012 | 0,014 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,085 | 0,049 | 0,037 | 0,097 | 0,058 | 0,064 | 0,063 | 0,116 | 0,100 | 0,073 | 0,071 | 0,063 | 0,085 | 0,057 | 0,059 | 0,072 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,060 | 0,034 | 0,026 | 0,068 | 0,040 | 0,045 | 0,044 | 0,081 | 0,070 | 0,051 | 0,050 | 0,044 | 0,060 | 0,040 | 0,041 | 0,050 |

🕇 Таблица А.8 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зернаржи (озоление при высоких температурах печи)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее значение |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{ m cp},~\%$ | 1,76 | 1,78 | 1,76 | 1,76 | 2,04 | 1,91 | 1,52 | 2,04 | 1,89 | 1,86 | 1,66 | 1,96 | 1,58 | 1,96 | 1,73 | 1,81 |
| СКО повторяемости S _r | 0,007 | 0,008 | 0,006 | 0,011 | 0,018 | 0,009 | 0,008 | 0,005 | 0,008 | 0,006 | 0,007 | 0,006 | 0,008 | 0,005 | 0,011 | 0,008 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,004 | 0,004 | 0,003 | 0,006 | 0,009 | 0,005 | 0,005 | 0,003 | 0,004 | 0,003 | 0,004 | 0,003 | 0,005 | 0,003 | 0,007 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при $P=0,95,\%$ | 0,019 | 0,021 | 0,016 | 0,031 | 0,050 | 0,025 | 0,023 | 0,015 | 0,023 | 0,015 | 0,020 | 0,018 | 0,021 | 0,015 | 0,031 | 0,023 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,021 | 0,011 | 0,022 | 0,019 | 0,036 | 0,024 | 0,084 | 0,020 | 0,028 | 0,032 | 0,030 | 0,012 | 0,016 | 0,019 | 0,033 | 0,027 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,012 | 0,006 | 0,013 | 0,011 | 0,018 | 0,013 | 0,055 | 0,010 | 0,015 | 0,017 | 0,018 | 0,006 | 0,010 | 0,010 | 0,019 | 0,015 |
| Предел воспроизводимости R , при $P=0.95, \%$ | 0,057 | 0,030 | 0,062 | 0,053 | 0,100 | 0,068 | 0,236 | 0,056 | 0,079 | 0,089 | 0,083 | 0,034 | 0,045 | 0,053 | 0,092 | 0,076 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при $P=0,95,~\%$ | 0,040 | 0,021 | 0,044 | 0,037 | 0,071 | 0,047 | 0,165 | 0,039 | 0,056 | 0,062 | 0,058 | 0,024 | 0,031 | 0,037 | 0,065 | 0,053 |

Таблица А.9 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна тритикале (основной метод)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | реднее начение |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},\%$ | 1,57 | 1,61 | 1,62 | 1,72 | 1,77 | 1,84 | 1,88 | 1,99 | 1,95 | 1,77 | 1,87 | 1,83 | 1,75 | 1,85 | 1,83 | 1,79 |
| СКО повторяемости S _r | 0,005 | 0,008 | 0,005 | 0,009 | 0,009 | 0,010 | 0,009 | 0,018 | 0,005 | 0,011 | 0,008 | 0,007 | 0,009 | 0,009 | 0,009 | 0,009 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,003 | 0,005 | 0,003 | 0,006 | 0,005 | 0,006 | 0,005 | 0,009 | 0,002 | 0,006 | 0,004 | 0,004 | 0,005 | 0,005 | 0,005 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при $P=0,95,\%$ | 0,014 | 0,022 | 0,013 | 0,026 | 0,025 | 0,029 | 0,026 | 0,050 | 0,013 | 0,031 | 0,023 | 0,020 | 0,026 | 0,025 | 0,025 | 0,025 |
| СКО воспроизводимости S_R | 0,009 | 0,010 | 0,021 | 0,029 | 0,012 | 0,020 | 0,032 | 0,033 | 0,007 | 0,019 | 0,013 | 0,007 | 0,018 | 0,020 | 0,022 | 0,018 |

Окончание таблицы А.9

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\cal R}$ | 0,005 | 0,006 | 0,013 | 0,017 | 0,007 | 0,011 | 0,017 | 0,016 | 0,003 | 0,011 | 0,007 | 0,004 | 0,010 | 0,011 | 0,012 | 0,010 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,024 | 0,027 | 0,060 | 0,080 | 0,035 | 0,056 | 0,089 | 0,092 | 0,019 | 0,053 | 0,036 | 0,020 | 0,051 | 0,056 | 0,062 | 0,051 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при $P=0,95,\%$ | 0,017 | 0,019 | 0,042 | 0,056 | 0,024 | 0,039 | 0,062 | 0,064 | 0,013 | 0,037 | 0,025 | 0,014 | 0,036 | 0,039 | 0,043 | 0,035 |

Таблица А.10 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна тритикале (озоление со спиртовым раствором уксуснокислого магния)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | інее эние |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее значение |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},\%$ | 1,57 | 1,61 | 1,64 | 1,72 | 1,76 | 1,83 | 1,86 | 1,97 | 1,95 | 1,77 | 1,87 | 1,84 | 1,74 | 1,84 | 1,82 | 1,79 |
| СКО повторяемости S _r | 0,008 | 0,005 | 0,016 | 0,007 | 0,005 | 0,006 | 0,011 | 0,025 | 0,005 | 0,006 | 0,012 | 0,008 | 0,013 | 0,024 | 0,008 | 0,011 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,005 | 0,003 | 0,010 | 0,004 | 0,003 | 0,003 | 0,006 | 0,013 | 0,002 | 0,003 | 0,006 | 0,004 | 0,007 | 0,013 | 0,004 | 0,006 |
| Предел повторяемости r , при $P = 0.95, \%$ | 0,023 | 0,014 | 0,045 | 0,019 | 0,013 | 0,017 | 0,030 | 0,070 | 0,013 | 0,017 | 0,033 | 0,021 | 0,036 | 0,068 | 0,021 | 0,029 |
| СКО воспроизводимости S_R | 0,017 | 0,018 | 0,031 | 0,018 | 0,020 | 0,016 | 0,033 | 0,035 | 0,007 | 0,011 | 0,012 | 0,010 | 0,016 | 0,031 | 0,028 | 0,020 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\cal R}$ | 0,011 | 0,011 | 0,019 | 0,010 | 0,011 | 0,009 | 0,018 | 0,018 | 0,003 | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,009 | 0,017 | 0,016 | 0,011 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,047 | 0,051 | 0,087 | 0,049 | 0,057 | 0,045 | 0,092 | 0,097 | 0,019 | 0,030 | 0,033 | 0,029 | 0,044 | 0,088 | 0,079 | 0,056 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,033 | 0,036 | 0,061 | 0,035 | 0,040 | 0,031 | 0,064 | 0,068 | 0,013 | 0,021 | 0,023 | 0,020 | 0,030 | 0,062 | 0,055 | 0,040 |

📆 Таблица А.11 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна тритикале (озоление с азотной кислотой)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | тнее эние |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Среднее значение |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},~\%$ | 1,57 | 1,62 | 1,65 | 1,73 | 1,76 | 1,83 | 1,86 | 1,97 | 1,96 | 1,77 | 1,87 | 1,84 | 1,75 | 1,86 | 1,82 | 1,79 |
| СКО повторяемости S_r | 0,005 | 0,010 | 0,010 | 0,004 | 0,006 | 0,011 | 0,009 | 0,023 | 0,006 | 0,011 | 0,004 | 0,011 | 0,014 | 0,010 | 0,004 | 0,009 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,003 | 0,006 | 0,006 | 0,003 | 0,003 | 0,006 | 0,005 | 0,012 | 0,003 | 0,006 | 0,002 | 0,006 | 0,008 | 0,006 | 0,002 | 0,005 |
| Предел повторяемости r , при $P = 0.95, \%$ | 0,015 | 0,028 | 0,029 | 0,012 | 0,017 | 0,030 | 0,026 | 0,066 | 0,018 | 0,030 | 0,011 | 0,031 | 0,038 | 0,029 | 0,012 | 0,026 |
| СКО воспроизводимости S_R | 0,017 | 0,024 | 0,025 | 0,013 | 0,019 | 0,017 | 0,031 | 0,033 | 0,012 | 0,012 | 0,004 | 0,017 | 0,017 | 0,022 | 0,028 | 0,019 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\mathcal{R}}$ | 0,011 | 0,015 | 0,015 | 0,008 | 0,011 | 0,009 | 0,017 | 0,017 | 0,006 | 0,007 | 0,002 | 0,009 | 0,009 | 0,012 | 0,016 | 0,011 |
| Предел воспроизводимости R , при P = 0,95, % | 0,049 | 0,069 | 0,069 | 0,037 | 0,053 | 0,046 | 0,086 | 0,093 | 0,033 | 0,033 | 0,012 | 0,047 | 0,046 | 0,063 | 0,080 | 0,054 |
| Абсолютная погрешность метода $\pm \Delta$, при P = 0,95, % | 0,034 | 0,048 | 0,049 | 0,026 | 0,037 | 0,032 | 0,060 | 0,065 | 0,023 | 0,023 | 0,008 | 0,033 | 0,032 | 0,044 | 0,056 | 0,038 |

Таблица А.12 — Результаты статистической обработки данных межлабораторных испытаний зерна тритикале (озоление при высоких температурах печи)

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее значение |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Среднее значение зольности по лабораториям $X_{\rm cp},~\%$ | 1,57 | 1,63 | 1,66 | 1,73 | 1,77 | 1,84 | 1,87 | 2,00 | 1,97 | 1,77 | 1,87 | 1,84 | 1,75 | 1,86 | 1,83 | 1,80 |
| СКО повторяемости S _r | 0,007 | 0,007 | 0,008 | 0,008 | 0,009 | 0,012 | 0,010 | 0,014 | 0,010 | 0,011 | 0,009 | 0,006 | 0,007 | 0,010 | 0,009 | 0,009 |
| Коэффициент вариации повторяемости V_r | 0,005 | 0,004 | 0,005 | 0,005 | 0,005 | 0,007 | 0,006 | 0,007 | 0,005 | 0,006 | 0,005 | 0,003 | 0,004 | 0,006 | 0,005 | 0,005 |

Окончание таблицы А.12

| Номер образца | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Среднее значение |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------------|
| Количество лабораторий | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | Сред |
| Предел повторяемости <i>r</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | 0,020 | 0,020 | 0,023 | 0,023 | 0,026 | 0,035 | 0,029 | 0,040 | 0,029 | 0,031 | 0,026 | 0,017 | 0,020 | 0,029 | 0,025 | 0,026 |
| СКО воспроизводимости S _R | 0,021 | 0,017 | 0,022 | 0,020 | 0,017 | 0,018 | 0,029 | 0,031 | 0,016 | 0,015 | 0,012 | 0,014 | 0,018 | 0,022 | 0,035 | 0,021 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости $V_{\cal R}$ | 0,014 | 0,011 | 0,013 | 0,011 | 0,010 | 0,010 | 0,016 | 0,016 | 0,008 | 0,008 | 0,007 | 0,007 | 0,010 | 0,012 | 0,019 | 0,011 |
| Предел воспроизводимости <i>R</i> , при <i>P</i> = 0,95, % | 0,060 | 0,048 | 0,062 | 0,055 | 0,048 | 0,051 | 0,082 | 0,087 | 0,044 | 0,041 | 0,034 | 0,038 | 0,051 | 0,063 | 0,097 | 0,057 |
| Абсолютная погрешность метода \pm Δ , при P = 0,95, % | 0,042 | 0,034 | 0,043 | 0,039 | 0,034 | 0,036 | 0,057 | 0,061 | 0,031 | 0,029 | 0,024 | 0,027 | 0,035 | 0,044 | 0,068 | 0,040 |

УДК 633.1.001.4:006.354 MKC 67.060

Ключевые слова: зерно, зольность, метод

БЗ 8—2019/25

Редактор Л.И. Нахимова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор О.В. Лазарева
Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Сдано в набор 26.08.2019. Подписано в печать 23.09.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,32. Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта