МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 734-1—
2016**

Жмыхи и шроты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЫРОГО ЖИРА

Часть 1

Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

(ISO 734-1:2006, Oilseed meals — Determination of oil content — Part 1: Extraction method 1 with hexane (or light petroleum), IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2016 г. № 962-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 734-1—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 734-1:2006 «Жмыхи и шроты. Определение содержания масла. Часть 1. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)» [«Oilseed meals — Determination of oil content — Part 1: Extraction method 1 with hexane (or light petroleum)», IDT].

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с общепринятой терминологией и ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

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»

© ISO, 2006 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Жмыхи и шроты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЫРОГО ЖИРА

Часть 1

Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

Oilseed residues. Determination of oil content. Part 1. Extraction method with hexane (or light petroleum)

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения веществ, экстрагируемых гексаном (или легким петролейным эфиром), называемых «содержанием сырого жира» в жмыхах и шротах (за исключением смешанных продуктов), полученных при извлечении масла из масличных семян прессованием или экстракцией растворителем.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты. В случае датированных ссылок следует применять только указанные стандарты, для недатированных ссылок — последнее издание ссылочного стандарта (включая любые поправки).

ISO 771 Oilseed residues — Determination of moisture and volatile matter content (Жмыхи и шроты. Определение содержания влаги и летучих веществ)

ISO 5502, Oilseed residues — Preparation of test samples (Жмыхи и шроты. Подготовка образца)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением.

3.1 **содержание сырого жира (oil content):** Все вещества, экстрагируемые в условиях, установленных настоящим стандартом, и выраженные в виде массовой доли, в процентах.

Примечание — Содержание сырого жира также может быть выражено в пересчете на сухое вещество.

4 Сущность метода

Пробу для анализа экстрагируют в специальном аппарате техническим гексаном или, при его отсутствии, легким петролейным эфиром. Отгоняют растворитель, и остаток взвешивают.

5 Реактивы

Используют реактивы только известной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

5.1 Технический гексан, *н*-гексан или легкий петролейный эфир, состоящий, в основном, из углеводородов с шестью атомами углерода.

Менее 5 % растворителя должно перегоняться при температуре ниже 50 °С, более 95 % — при температуре от 50 °С до 70 °С.

Издание официальное

Для любого из этих растворителей остаток при полном выпаривании не должен превышать 2 мг на 100 см^3.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Механический измельчитель, легко очищаемый, измельчающий материал без нагрева и ощутимого изменения содержания влаги и летучих веществ и содержания масла, обеспечивающий получение частиц, полностью проходящих через сито с размером отверстий 1 мм.

6.2 Механический микроизмельчитель типа Dangoumau* обеспечивающий степень измельчения материала менее 160 мкм, за исключением «шелухи», частицы которой могут достигать 400 мкм.

При отсутствии микроизмельчителя, дополнительное измельчение пробы (см. 9.4.3) может быть заменено растиранием с помощью пестика и ступки в присутствии приблизительно 10 г песка, промытого соляной кислотой и затем прокаленного.

Однако растирание в ступке не может применяться в случае многократных анализов, потому что усталость оператора мешает эффективному измельчению многочисленных проб, а экстрагирование масла из крупноизмельченной пробы никогда не может быть полным.

6.3 Экстракционный патрон и хлопковая вата или фильтровальная бумага, не содержащие веществ, растворимых в гексане или легком петролейном эфире.

6.4 Экстракционный аппарат, снабженный колбой вместимостью от 200 см^3 до 250 см^3.

Примечание — Пригодны прямоточные экстракторы, например экстракторы Butt, Smalley, Twisselmann и Bolton-Williams**. Допускается использование других экстракторов при условии, что результаты испытания на стандартном материале с известным содержанием масла подтверждают пригодность аппарата.

6.5 Электрическая нагревательная баня (например, песчаная или водяная) или нагревательная плитка.

6.6 Электрический термостат, обеспечивающий вентилирование или получение пониженного давления, позволяющий поддерживать температуру 103 °С ± 2 °С.

6.7 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

6.8 Пемза в виде небольших кусочков, предварительно высушенная в термостате при температуре 103 °С ± 2 °С и охлажденная в эксикаторе.

6.9 Весы аналитические, обеспечивающие взвешивание с точностью 0,001 г.

7 Отбор проб

Важно, чтобы лаборатория получила образец, который является подлинно представительным и не был поврежден или изменен во время транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [1].

8 Подготовка лабораторной пробы

8.1 Готовят лабораторную пробу в соответствии с [1].

8.2 При необходимости измельчают пробу в предварительно очищенном механическом измельчителе (6.1). Сначала используют приблизительно одну двадцатую часть пробы для очистки измельчителя и отбрасывают ее. Затем измельчают оставшуюся часть, собирают полученный продукт, тщательно перемешивают и без промедления выполняют анализ.

---

* Механический микроизмельчитель Dangoumau является примером подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого оборудования.

** Прямоточные экстракторы Butt, Smalley, Twisselmann или Bolton-Williams являются примерами подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого оборудования.

9 Проведение испытаний

9.1 Количество определений

Если необходимо проверить, соблюдается ли требование повторяемости (11.2), выполняют два единичных определения в соответствии с 9.2—9.4.4.

9.2 Подготовка пробы для анализа

9.2.1 Взвешивают с точностью до 0,001 г приблизительно 10 г лабораторной пробы (8.2).

9.2.2 Переносят пробу для анализа в экстракционный патрон (6.3) и закрывают последний тампоном из хлопковой ваты (6.3). Если используется фильтровальная бумага, патрон изготавливают из нее.

9.3 Предварительное высушивание

Если проба для анализа очень влажная (содержание влаги и летучих веществ более 10 % (по массе), заполненный экстракционный патрон оставляют на некоторое время в термостате, отрегулированном на температуру не выше 80 °С, чтобы содержание влаги и летучих веществ было менее 10 % (по массе).

Вместо описанного выше предварительного высушивания пробу для анализа (9.2.1) можно смешать в соответствующем сосуде с сульфатом натрия из расчета 2—3 г безводного сульфата натрия аналитической степени чистоты на 5 г измельченной пробы. Продолжают, как указано в 9.2.2 и 9.4.

9.4 Определение

9.4.1 Подготовка колбы

Взвешивают с точностью до 0,001 г колбу экстракционного аппарата (6.4), содержащую один или два кусочка пемзы (6.8).

9.4.2 Первая экстракция

Помещают патрон (6.3) с пробой для анализа в экстракционный аппарат (6.4). Наливают в колбу необходимое количество растворителя (5.1). Устанавливают колбу с экстрактором на электрическую нагревательную баню или нагревательную плитку (6.5). Проводят нагревание таким образом, чтобы скорость обратного стока составляла, по меньшей мере, 3 капли в секунду (умеренное кипение, неинтенсивное).

После экстрагирования в течение 4 ч оставляют аппарат для охлаждения. Вынимают патрон из экстракционного аппарата и обдувают его потоком воздуха, чтобы удалить большую часть оставшегося растворителя.

9.4.3 Вторая экстракция

Содержимое экстракционного патрона помещают в микроизмельчитель (6.2) и измельчают как можно более тонко.

Помещают измельченную смесь обратно в патрон и снова устанавливают последний в экстракционном аппарате.

Повторно экстрагируют еще в течение 2 ч, используя ту же самую колбу с первым экстрактом.

Раствор, полученный в экстракционной колбе, должен быть прозрачным. Если он непрозрачен, фильтруют его через бумажный фильтр, собирая фильтрат в другую предварительно высушенную и взвешенную колбу, затем несколько раз промывают первую колбу и фильтр тем же растворителем.

9.4.4 Удаление растворителя и взвешивание извлеченного жира

Удаляют большую часть растворителя из колбы путем отгонки на электрической нагревательной бане или нагревательной плитке (6.5). Удаляют последние следы растворителя при нагревании колбы в течение приблизительно 20 мин в термостате (6.6), при температуре 103 °С.

В случае жмыхов и шротов с большим содержанием летучих кислот (из копры, пальмоядровые и т. д.) проводят высушивание экстракта при атмосферном давлении и максимальной температуре 80 °С.

Удалению растворителя способствуют кратковременная продувка колбы воздухом или, предпочтительно, инертным газом (таким, как азот или двуокись углерода) или снижение давления в колбе.

В случае сушки или подсушивания жмыхов и шротов, предпочтительно удалять оставшийся растворитель высушиванием при пониженном давлении.

Оставляют колбу для охлаждения в эксикаторе (6.7) в течение, по меньшей мере, 1 ч при температуре окружающей среды и затем взвешивают с точностью до 0,001 г.

Снова нагревают колбу в течение приблизительно 10 мин в тех же условиях. Оставляют для охлаждения и повторно взвешивают.

Расхождение между результатами двух взвешиваний не должно превышать 10 мг. В противном случае повторяют операции нагревания в течение 10 мин, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока это условие не будет выполнено. Записывают окончательную массу колбы.

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю сырого жира, w, %, вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса пробы для анализа (9.2.1), г;

m_1 — масса сырого жира после сушки (см. 9.4.4), г.

Выражают результат с точностью до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух определений, при условии, что удовлетворяются требования повторяемости. Если требования повторяемости не выполняются, результаты отбрасывают и выполняют два новых определения на испытуемых пробах, взятых из того же анализируемого образца.

10.2 Массовую долю сырого жира, w_D, в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$w_D = w \cdot \frac{100}{100 - w_M}, \quad (2)$$

где w — массовая доля сырого жира по 10.1, %;

w_M — массовая доля влаги и летучих веществ, %, определенная по ISO 771.

11 Точность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний по определению точности метода приведены в приложении А. Значения, полученные на основании данных межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам значений и матрицам, отличным от приведенных.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, не должно более чем в 5 % случаев превышать пределы повторяемости r, приведенные в таблице 1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не должно более чем в 5 % случаев превышать пределы воспроизводимости R, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Проба	Среднее значение массовой доли сырого жира, %	r, %	R, %
Шрот рапсовый	0—5	0,3	1,1
Шроты соевый и подсолнечный	0—5	0,2	0,7

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

- вся информация, необходимая для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все условия проведения испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как факультативные, а также подробная информация обо всех случаях, которые могли повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если выполнены условия повторяемости, окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторное испытание было организовано в 1994 году Институтом химии и физики жиров (BAGKF, Германия), и включало 13 лабораторий, причем каждая лаборатория выполняла по два определения на каждом образце.

Испытание проводилось на трех образцах:

- шрот рапсовый;
- шрот соевый;
- шрот подсолнечный

Результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [2] и [3]. Полученные данные приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

Образец	Шрот рапсовый	Шрот соевый	Шрот подсолнечный
Число лабораторий	13	13	13
Число лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий, получивших неудовлетворительные результаты	12	12	13
Количество результатов, полученных всеми лабораториями	24	24	26
Среднее значение массовой доли масла, %	3,84	1,30	3,04
Стандартное отклонение повторяемости, s_r	0,09	0,06	0,05
Коэффициент вариации повторяемости, %	2,4	4,6	1,7
Предел повторяемости, $r = 2,8\ s_r$	0,26	0,17	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R	0,38	0,20	0,24
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	10,0	15,1	7,8
Предел воспроизводимости, $R = 2,8\ s_R$	1,07	0,55	0,66

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 771	—	*,1)
ISO 5502	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

[1] ISO 5500:1986 *Oilseed residues — Sampling* (Жмыхи и шроты. Отбор проб)

[2] ISO 5725-1:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions* (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)

[3] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 54705—2011 «Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения массовой доли влаги и летучих веществ».

УДК 543.062:006.354 МКС 67.200

Ключевые слова: жмыхи и шроты, сырой жир, экстракция гексаном или петролейным эфиром

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.11.2019. Подписано в печать 07.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru