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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 8892—2016

ШРОТЫ

Определение общего остаточного гексана

(ISO 8892:1987, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 официального перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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—2016)

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 29 августа 2016 г. № 952-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 8892—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8892:1987 «Шроты. Определение общего остаточного гексана» («Oilseed residues — Determination of total residual hexane», IDT).

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

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

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ШРОТЫ

Определение общего остаточного гексана

Oilseed residues. Determination of total residual hexane

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего количества летучих углеводородов, под общим наименованием *гексан*, оставшихся в шротах после экстракции углеводородными растворителями.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

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

3 Сущность метода

Десорбция гексана нагреванием при 110 °С с водой в закрытом сосуде и определение гексана в свободном пространстве над поверхностью пробы с помощью газовой хроматографии с использованием капиллярной или насадочной колонок. Результаты выражают как н-гексан.

4 Реактивы и материалы

4.1 Технический н-гексан или легкий петролейный эфир, схожие по составу с растворителем, используемым для промышленной экстракции масличных семян, или, в случае их отсутствия, н-гексан.

4.2 Газ-носитель: водород или азот, гелий и т. д., сухой, с содержанием кислорода менее 10 млн$^{-1}$ (мг/кг).

4.3 Вспомогательные газы:

- водород, 99,9 % чистоты, не содержащий органических примесей.
- воздух, не содержащий органических примесей.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в том числе, нижеперечисленное.

5.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и интегратором и/или регистратором, снабженный стеклянной капиллярной колонкой длиной примерно 30 м и диаметром 0,3 мм,

Издание официальное

покрытой метилполисилоксаном[1)] (толщина пленки — 0,2 мкм), или, в случае отсутствия, насадочной колонкой, длиной не менее 7 м и внутренним диаметром от 2 мм до 4 мм, заполненной промытой кислотой диатомовой землей с размером частиц от 150 мкм до 180 мкм[2)] и покрытой метилполисилоксаном[1)].

Если используется капиллярная колонка, устройство должно иметь делитель потока 1/100.

5.2 Электрическая печь, способная поддерживать температуру 110 °С.

5.3 Газовый шприц, градуированный, вместимостью 1 см^3, предпочтительно с клапаном.

5.4 Флаконы типа пенициллиновых, вместимостью от 50 см^3 до 60 см^3, все одинакового объема в пределах 2 %.

5.5 Пробки, инертные к воздействию растворителей, примерно 3 мм толщиной, из нитрильного каучука (например, пербунан), или бутилкаучука с прослойкой из политетрафторэтилена (ПТФЭ) или полихлоропрена (например, неопрен).

Примечание — Убедитесь, что используемые пробки будут обеспечивать герметизацию после обжима.

5.6 Металлические крышки из фольги, например из алюминия.

5.7 Обжимные клещи.

5.8 Жидкостный шприц, вместимостью 10 мкл.

6 Отбор и хранение проб

Отбор проб необходимо выполнять в соответствии с ISO 5500. Важно, чтобы была предотвращена потеря гексана из пробы.

Лабораторной пробой полностью заполняют контейнер (предпочтительно гофрированный металлический ящик) и запечатывают, хранят при 20 °С или ниже (например, в морозильнике). Нельзя использовать пластмассовые контейнеры.

Определение остаточного гексана должно осуществляться сразу же после того, как температура контейнера достигнет комнатной и контейнер будет вскрыт.

7 Процедура

7.1 Проба для анализа

Взвешивают 5 г лабораторной пробы с точностью до 0,1 г во флаконе (5.4). Добавляют 2,5 см^3 дистиллированной воды, закрывают флакон пробкой (5.5), накрывают крышкой из фольги (5.6) и обжимают клещами (5.7).

Все эти операции должны выполняться быстро.

7.2 Десорбция гексана

Флакон помещают в печь (5.2), выдерживают при 110 °С в течение 90 мин. По истечении этого времени удаляют флакон из печи и дают остыть в течение 2 мин, затем перемешивают, переворачивая.

Примечание — Важно, чтобы для каждой пробы флаконы выдерживались в печи одно и то же время.

7.3 Анализ газовой фазы в свободном пространстве над поверхностью пробы методом газовой хроматографии

Примечание — Пробки часто имеют очень высокую механическую прочность; поэтому, если предполагают, что можно повредить иглу газового шприца при прокалывании пробки, то предварительно прокалывают ее булавкой, прежде чем отбирать пробу из свободного пространства. Повторно использовать пробки не рекомендуется.

7.3.1 Параметры прибора

Температура инжектора и детектора: 120 °С.

Температура печи: 40 °С.

Давление газа-носителя: 0,3 бар (30 кПа).

[1)] Пригоден SE 30. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого продукта.

[2)] Пригоден Хромосорб WAW. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого продукта.

7.3.2 Определение

С помощью газового шприца (5.3), предварительно нагретого до 50 °С—60 °С, отбирают точно 0,5 см^3 газовой фазы и быстро вводят в хроматограф.

7.3.3 Калибровка

Для построения калибровочного графика достаточно трех точек, например 2, 5 и 10 мкл растворителя; они соответствуют 264, 660 и 1320 млн$^{-1}$ (мг/кг) гексана, если проба шрота составляет 5 г.

Подготавливают серию флаконов (5.4) для калибровки, такой же вместимости, как те, которые используются для определения. Наливают во флаконы по 6 см^3 воды[1)], немедленно добавляют различные количества н-гексана (4.1), точно отмеренные с помощью шприца (5.8). Закрывают каждый флакон пробкой (5.5), накрывают металлической крышкой (5.6) и обжимают клещами (5.7).

Помещают серию флаконов для создания калибровочного графика в печь на 15 мин при 110 °С. По истечении этого периода времени вынимают их из печи и оставляют остывать в течение 2 мин.

Газовым шприцем, нагретым до температуры 50 °С—60 °С, отбирают точно 0,5 см^3 из свободного пространства и быстро вводят в хроматограф.

Выполняют два определения из одной и той же лабораторной пробы.

8 Обработка результатов

Строят калибровочный график в координатах: площадь пика растворителя — масса растворителя, введенного во флаконы (1 мм^3 соответствует 660 мкг).

Определяют сумму площадей пиков гексана и различных углеводородов, которые обычно содержатся в техническом растворителе (2-метил пентан, 3-метил пентан, метилциклопентан, циклогексан и т. д.)

Примечание — Если пики продуктов окисления присутствуют в значительных количествах, их не включают в результат, но сообщают о них отдельно.

По калибровочному графику определяют массу m_1, в микрограммах, гексана, содержащегося во флаконе.

Содержание общего остаточного гексана в шроте X, выраженное в млн$^{-1}$ (мг/кг) гексана, определяют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_0},$$

где m_0 — масса пробы для анализа, г;

m_1 — масса растворителя, содержащегося во флаконе, мкг.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

9 Точность

В таблице приведены статистические результаты (обработанные в соответствии с ISO 5725) двух межлабораторных испытаний, организованных на международном уровне, с участием 12 лабораторий, каждая из которых выполнила по три определения (межлабораторное испытание № 1), и 15 лабораторий, каждая из которых выполнила по два определения (межлабораторное испытание № 2).

Таблица — Статистические результаты межлабораторных испытаний, млн$^{-1}$ (мг/кг)

Проба	Соевый шрот		Подсолнечный шрот	Рапсовый шрот	
Межлабораторное испытание	№ 2	№ 1	№ 1	№ 2	№ 1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий, получивших неудовлетворительные результаты	15	11	11	15	10
Среднее значение	341	400	450	452	971

[1)] 5 г шрота, гидратированного 2,5 см^3 воды, занимают в среднем объем 6 см^3.

Окончание таблицы

Проба	Соевый шрот		Подсолнечный шрот	Рапсовый шрот	
Стандартное отклонение повторяемости s_r	29	19	22	35	39
Коэффициент вариации повторяемости, %	8,6	4,6	4,8	7,8	4,0
Повторяемость, $2{,}83s_r$	83	52	62	100	111
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	108	83	125	109	289
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	32*	21	28	24*	30
Воспроизводимость, $2{,}83S_R$	305	235	353	308	817

* Статистический анализ результатов межлабораторного испытания № 2, с учетом только девяти лабораторий, принявших участие в обоих межлабораторных испытаниях, № 1 и № 2, дал коэффициент вариации воспроизводимости 18 % для соевого шрота и 20 % для рапсового шрота.

10 Протокол испытаний

В протоколе испытаний указывают используемый метод и полученные результаты. Он должен содержать любые подробности проведения испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также подробную информацию обо всех инцидентах, которые могли бы повлиять на результаты.

Протокол должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 5500:1986	NEQ	ГОСТ 13979.0—86 «Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб»
ISO 5725:1986		*,[1]

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует[1]. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:
NEQ — неэквивалентный стандарт.

[1] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

УДК 633.85:543:006.354 МКС 67.200 IDT

Ключевые слова: шрот, масличные семена, гексан

Редактор *Т.С. Ложникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 31.08.2016. Подписано в печать 02.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 31 экз. Зак. 2093.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru