ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 734— 2021

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение содержания сырого жира. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

(ISO 734:2015, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

Предисловие

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 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июня 2021 г. № 543-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 734:2015 «Жмыхи и шроты. Определение содержания жира. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)» [ISO 734:2015 «Oilseed meals — Determination of oil content – Extraction method with hexane (or light petroleum)», IDT].

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 53153—2008 (ИСО 734-1:2006)

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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)

© ISO, 2015 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2021

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

Введение

Метод определения содержания жира в масличных семенах стандартизован в ИСО 659, поэтому необходимо обеспечить контроль за производством масла путем установления референтного метода определения содержания жира в жмыхах и шротах таким же способом.

ОКС 65.120

Поправка к ГОСТ Р ИСО 734—2021 Жмыхи и шроты. Определение содержания сырого жира. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Библиографические данные. ОКС	65.120	67.200.20

(ИУС № 2 2023 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение содержания сырого жира. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

Oilseed meals. Determination of oil content. Extraction method with hexane (or light petroleum)

Дата введения — 2022—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 [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения к нему)]:

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 следующий термин с соответствующим определением.

ИСО и МЭК поддерживают актуализированные базы данных по терминологии в целях стандартизации со следующими адресами:

- ISO Online browsing platform: http://www.iso.org/obp.
- IEC Electropedia: http://www. electropedia.org/.

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

Примечание — Содержание 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 полученный остаток взвешивают.

Издание официальное

5 Реактивы

Используют только реактивы 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 и более 95 % — при температуре от 50 °С до 70 °С.

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 жмыхи и шроты без нагрева и заметного изменения содержания влаги, летучих веществ и содержания жира, обеспечивающий получение частиц, полностью проходящих через сито с размером отверстий 1 мм.

6.2 Механический микроизмельчитель типа Dangoumau[1)], обеспечивающий степень измельчения жмыхов и шротов менее 160 мкм, за исключением «шелухи», частицы которой могут достигать 400 мкм.

Если в лаборатории отсутствует микроизмельчитель, микроизмельчение размолотой 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, свободные от веществ, растворимых в гексане или легком петролейном эфире.

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

Примечание — Пригодны прямоточные экстракторы, например, экстракторы Butt, Smalley, Twisselmann и Bolton-Williams[2)]. Допускается использование других экстракторов при условии, что результаты испытания на стандартном материале с известным содержанием жира подтверждают пригодность аппарата.

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

6.6 Электрический шкаф с термостатическим контролем, обеспечивающий вентилирование или получение пониженного давления, способный поддерживать температуру 103 °С ± 2 °С.

6.7 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

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

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

7 Отбор проб

Образец, полученный лабораторией, должен быть представительным. Он не должен быть поврежденным или измененным во время транспортирования и хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ИСО 5500.

8 Подготовка лабораторной пробы

8.1 Готовят лабораторную пробу в соответствии с ИСО 5502.

[1)] 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.

[2)] 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.

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

9 Проведение испытания

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 Проба для анализа

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

9.2.2 Переносят эту 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 электрическом шкафу, отрегулированном на температуру не выше 80 °С, чтобы снизить содержание влаги и летучих веществ до уровня менее 10 % (по массе).

В качестве альтернативы 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 1 мг колбу экстракционного аппарата (6.4), содержащую один или два кусочка пемзы (6.8).

9.4.2 Первая экстракция

Помещают патрон (6.3), содержащий пробу для анализа, в экстракционный аппарат (6.4). Наливают в колбу необходимое количество растворителя (5.1). Устанавливают колбу с экстрактором на электрическую нагревательную баню или 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 для охлаждения. Вынимают патрон из экстракционного аппарата и помещают его в поток воздуха, чтобы удалить большую часть оставшегося растворителя.

9.4.3 Вторая экстракция

Содержимое экстракционного патрона помещают в микроизмельчитель (6.2) и измельчают так мелко, как только возможно.

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

Повторно экстрагируют в течение 2 ч, используя ту же самую колбу, содержащую первый экстракционный раствор.

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 остатка

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

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

Удалению растворителя способствуют кратковременная продувка колбы воздухом либо, 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) минимум на 1 ч при температуре окружающей среды и затем взвешивают с точностью до 1 мг.

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 разница между двумя последовательными взвешиваниями не составит менее 10 мг. Записывают окончательную массу колбы.

10 Обработка результатов

10.1 Содержание сырого жира, w, % (по массе), в исходном продукте вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100\%, \tag{1}$$

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

m_1 — масса остатка после высушивания (9.4.4), г.

Выражают результат с точностью до первого десятичного знака.

10.2 Если необходимо, содержание сырого жира в пересчете на сухое вещество, w_D, % (по массе), вычисляют по формуле

$$w_D = w \cdot \frac{100}{100 - w_M}\%, \tag{2}$$

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

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

11 Точность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний точности метода приведены в приложении А. Значения, полученные на основании этих 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 и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать пределы повторяемости r, приведенные в таблице 1, более чем в 5 % случаев.

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 превышать пределы воспроизводимости R, приведенные в таблице 1, более чем в 5 % случаев.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Образец	Среднее значение массовой доли жира, %	*r*, % (по массе)	*R*, % (по массе)
Шрот рапсовый	От 0 до 5	0,3	1,1
Шроты соевый и подсолнечный	От 0 до 5	0,2	0,7

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

a) вся информация, необходимая для полной идентификации образца;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все подробности испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как факультативные, а также информация обо всех случайностях, которые могли повлиять на результаты испытаний;

e) полученные результаты испытаний и использованный растворитель, четко указав, представляет ли результат содержание сырого жира в исходном продукте или содержание сырого жира в пересчете на сухое вещество;

f) 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), включало 13 лабораторий, причем каждая лаборатория выполняла по два определения на каждом образце.

Испытание проводилось на трех образцах:

- рапсовый шрот;
- соевый шрот;
- подсолнечный шрот.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ИСО 5725-1 и ИСО 5725-2, чтобы получить данные по точности, приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний

	Образец		
	Рапсовый шрот	Соевый шрот	Подсолнечный шрот
Число участвовавших лабораторий	13	13	13
Число лабораторий, результаты которых были приняты	12	12	13
Количество результатов испытаний во всех лабораториях	24	24	26
Среднее содержание жира, % по массе	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 национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 771	—	*
ISO 5502	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ISO 659:1998 *Oilseeds — Determination of oil content (Reference method)*
(Масличные семена. Определение содержания жира. Референтный метод)

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

[3] 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]

[4] 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]

УДК 543.062 ОКС 65.120

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

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 17.06.2021. Подписано в печать 24.06.2021. Формат 60×84⅛. 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

ОКС 65.120

Поправка к ГОСТ Р ИСО 734—2021 Жмыхи и шроты. Определение содержания сырого жира. Метод экстракции гексаном (или легким петролейным эфиром)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Библиографические данные. ОКС	65.120	67.200.20

(ИУС № 2 2023 г.)