
**Шроты. Определение содержания
масла.**

Часть 1.

**Метод экстрагирования гексаном (или
петролейным эфиром)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

*Oilseed meals - Determination of oil content – Part 1: Extraction method with
hexane (or light petroleum)*

ISO 734-1:2006

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6eceed2b64/iso-734-1-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт ГОСТ R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 734-1:2006(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6eceed2b64/iso-734-1-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране, запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org.
Web www.iso.org.

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 734-1 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 2, *Масличные семена и плоды и шроты*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 734-1:1998), Приложение А которого было подвергнуто техническому пересмотру.

ISO 734 состоит из следующих частей под общим заголовком *Шроты. Определение содержания масла*:

— *Часть 1. Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)*

— *Часть 2. Ускоренный метод экстрагирования*

Введение

Метод определения содержания масла в масличных семенах был определен в ISO 659. Необходимо, поэтому, для обеспечения контроля производства масла установить таким же способом контрольный метод определения содержания масла в шротах.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6eceed2b64/iso-734-1-2006>

Шроты. Определение содержания масла

Часть 1.

Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)

1 Область применения

Настоящая часть ISO 734 устанавливает метод определения гексанового экстракта (или экстракта в петролейном эфире), называемого “содержание масла”, в шротах (за исключением смешанных продуктов), полученных экстракцией масла под давлением или растворителями из масличных семян.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 771, *Жмыхи. Определение содержания влаги и летучих веществ*

ISO 5502, *Жмыхи. Приготовление проб для испытаний*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание масла **oil content**

все вещества, экстрагированные в рабочих условиях, установленных в этой части ISO 734, и выраженные в виде массовой доли, в процентах, продукта в состоянии поставки

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание масла также может быть выражено относительно сухого вещества.

4 Принцип

Экстрагируют пробу для анализа продукта с помощью технического гексана или, при его отсутствии, петролейного эфира в соответствующем аппарате. Удаляют растворитель и взвешивают полученный экстракт.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если не оговорено иначе.

5.1 Технический гексан, n-гексан или петролейный эфир, содержащий, в основном, углеводороды с шестью атомами углерода.

Менее 5 % растворителя должно перегоняться при температуре ниже 50 °C и более 95 % - при температуре от 50 °C до 70 °C.

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

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующее оборудование.

6.1 Механический измельчитель, способный легко очищаться и обеспечивающий измельчение шрота без нагрева и заметного изменения содержания влаги, летучих веществ и масла для получения частиц, которые полностью проходят через сито с размером отверстий 1 мм.

6.2 Механический микроизмельчитель, типа Danguonmau¹), способный обеспечить степень измельчения шрота менее 160 мкм, за исключением “шелухи”, частицы которой могут достигать 400 мкм.

В тех лабораториях, где отсутствует микроизмельчитель, микроизмельчение измельченной пробы (см. 9.4.3) может быть заменено растиранием в порошок с помощью пестика и ступки в присутствии приблизительно 10 г песка, который был промыт соляной кислотой и затем прокален. 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 петролейном эфире.

6.4 Подходящий экстракционный аппарат, снабженный колбой вместимостью от 200 мл до 250 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Пригодны прямоточные экстракторы, например, экстракторы Butt, Smalley, Twisselmann и Bolton-Williams²). 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 сушильный шкаф, с термостатическим регулированием, обеспечивающий вентиляцию или получение пониженного давления и поддержание температуры $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.7 Эксикатор, с эффективным осушителем.

6.8 Пемза, в виде небольших частиц, предварительно высушенная в сушильном шкафу при температуре $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ и охлажденная в эксикаторе.

6.9 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью $\pm 0,001$ г.

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Ее не следует подвергать порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не рассматривается в методе, установленном в данной части ISO 734. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5500.

1) Механический микроизмельчитель Danguonmau является примером подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 734 и не означает одобрения этого оборудования со стороны ISO.

2) Прямоточные экстракторы Butt, Smalley, Twisselmann или Bolton-Williams являются примерами подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 734 и не означает одобрения этого оборудования со стороны ISO.

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 5502.

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

9 Методика

9.1 Количество определений

Если необходимо проверить, выполняется ли требование к повторяемости (11.2), выполняют два единичных определения в соответствии с требованиями, указанными в 9.2 - 9.4.4.

9.2 Проба для анализа

9.2.1 Взвешивают с точностью до 0,001 г приблизительно 10 г пробы для испытания (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, заворачивают в нее пробу для анализа.

9.3 Предварительная сушка

Если проба для анализа очень влажная [содержание влаги и летучих веществ более 10 % (массовая доля)], оставляют на некоторое время заполненный экстракционный патрон в сушильном шкафу, отрегулированном на температуру не выше 80 °С, чтобы снизить содержание влаги и летучих веществ до менее 10 % (массовая доля).

Как альтернативу процедуре предварительной сушки, описанной выше, можно смешать в соответствующем сосуде пробу для анализа (9.2.1) с сульфатом натрия из расчета 2 - 3 г безводного сульфата натрия аналитического качества на 5 г продукта помола. 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 одну или две частицы 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, не интенсивное).

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

9.4.3 Вторая экстракция

Опорожняют экстракционный патрон (6.2) в микроизмельчитель и измельчают как можно более тонко. Помещают 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 нет, 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 экстракта

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 электрическом сушильном шкафу (6.6), отрегулированном на температуру 103 °С.

В случае шротов с большим содержанием летучих кислот (молотая копра, кокосовый шрот и т.д.) следует проводить сушку экстракта при атмосферном давлении и максимальной температуре 80 °С.

Продувка колбы воздухом или предпочтительно инертным газом (таким как азот или диоксид углерода) в течение коротких периодов времени или уменьшение давления в колбе содействуют удалению растворителя.

В случае сушки или предварительной сушки шротов, предпочтительно удалять оставшийся растворитель сушкой 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 1 мг.

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

Расхождение между двумя взвешиваниями должно не превышать 10 мг. Если это не так, повторяют операции нагревания в течение 10 мин, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 10 мг. Записывают окончательную массу колбы.

10 Выражение результатов

10.1 Содержание масла, w , выраженное в виде массовой доли, в процентах, продукта в состоянии поставки, равняется

$$w = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \%$$

где

m_0 масса, в граммах, пробы для анализа (9.2.1);

m_1 масса, в граммах, экстракта после сушки (см. 9.4.4).

Выражают результат с точностью до первого десятичного знака.

10.2 По требованию, содержание масла может быть выражено в виде массовой доли, в процентах, сухого вещества, w_D . Тогда оно равняется

$$w_D = w \times \frac{100}{100 - w_M} \%$$

где

w — массовая доля, в процентах, масла в продукте в состоянии поставки (рассчитанная согласно 10.1);

w_M — массовая доля, в процентах, влаги и летучих веществ, определенная согласно ISO 771.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные на основании этого межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, 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, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение предела повторяемости r , приведенное 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, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение предела воспроизводимости R , приведенное в Таблице 1.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Проба	Среднее значение содержания масла	r	R
	% (массовая доля)	% (массовая доля)	% (массовая доля)
Щрот из семян рапса	0 - 5	0,3	1,1
Щроты из сои и подсолнечника	0 - 5	0,2	0,7

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылкой на настоящую часть ISO 734;
- все подробности, не указанные в этой части ISO 734, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный(ые) результат(ы) и используемый растворитель с четким указанием того, представляет ли результат содержание масла в продукте в состоянии поставки или в пересчете на сухое вещество;
- в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное совместное испытание было организовано в 1994 году Институтом химии и физики жиров (BAGKF, Германия), и включало 13 лабораторий, причем каждая лаборатория выполняла параллельный анализ каждой пробы.

Испытание проводилось на трех пробах:

- шрот из семян рапса;
- шрот из сои;
- шрот из подсолнечника.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2, в результате чего были получены данные по прецизионности, приведенные в Таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

Параметр	Проба		
	Шрот из семян рапса	Шрот из сои	Шрот из подсолнечника
Количество участвующих лабораторий	13	13	13
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	13
Количество результатов испытания во всех лабораториях	24	24	26
Среднее значение содержания масла [% (массовая доля)]	3,84	1,30	3,04
Среднее квадратическое 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
Среднее квадратическое 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