
**Шроты. Определение содержания
масла.**

**Часть 2.
Ускоренный метод экстрагирования**

*Oilseed meals — Determination of oil content —
Part 2: Rapid extraction method*
(standards.itech.ai)

ISO 734-2:2008

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c93fbad2-3891-4c90-b5d0-1caee2c902c0/iso-734-2-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 734-2:2008(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 установку интегрированных шрифтов в 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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c93fbad2-3891-4c90-b5d0-1caee2c902c0/iso-734-2-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

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 по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

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 734-2 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 734-2:1998), которое 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*

Шроты. Определение содержания масла.

Часть 2.

Ускоренный метод экстрагирования

1 Область распространения

Настоящая часть ISO 734 устанавливает метод экстрагирования, который может использоваться для оценки эффективности процесса обезжиривания путем сравнения содержания масла в масличных семенах с остаточным содержанием масла в соответствующих экстрагированной муке, гранулированных комбикормах и жмыхах, отжатых на шнековом прессе.

Стандарт не применим в спорных случаях, для которых используется ISO 734-1.

Настоящий стандарт применим к шротам, полученным из масличных семян путем прессования на шнековом прессе или экстрагирования растворителем, а также к гранулированным комбикормам, изготовленным из жмыха.

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 испытания*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание масла

oil content

сумма массовых долей веществ, экстрагированных в рабочих условиях, установленных в этой части ISO 734, в пересчете на продукт в состоянии поставки

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Массовая доля выражается в виде содержания в процентах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 По требованию содержание масла может быть выражено в пересчете на сухое вещество.

4 Принцип

Измельчают пробу для анализа в шаровой микро-мельнице в присутствии растворителя и потом экстрагируют тем же растворителем в соответствующем аппарате. Удаляют растворитель из экстракта путем отгонки, затем взвешивают остаток после сушки.

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, из которых менее 5 % перегоняется 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 не должен превышать 2 мг на 100 мл.

Растворитель, извлеченный из экстракта при отгонке, не следует использовать для последующих определений.

5.2 Хлопковая вата, обезжиренная.

ПРИМЕР Обезжиренная глазная хлопковая вата.

6 Аппаратура и материалы

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

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

6.2 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру при $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.3 Механический микроизмельчитель, способный обеспечить влажное измельчение в присутствии петролейного эфира и уменьшение среднего размера частиц пробы для анализа до менее 10 мкм. Пригодна имеющаяся в продаже шаровая мельница¹⁾.

При использовании стаканов для измельчения, изготовленных из политетрафторэтилена, охлаждение обязательно. Подходящая охлаждающая рубашка показана на Рисунке 1.

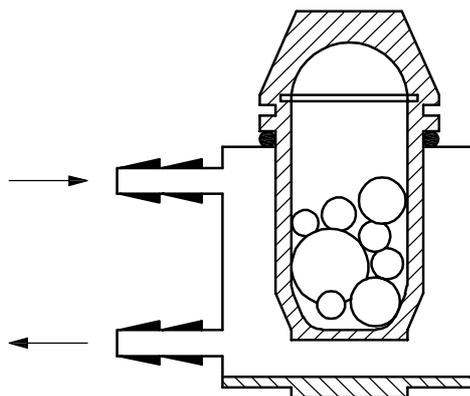


Рисунок 1 — Стакан для измельчения с охлаждающей рубашкой

6.4 Воронка, изготовленная из стойкой к воздействию петролейного эфира пластмассы, диаметром 70 мм, с наружным диаметром стержня 10 мм и длиной стержня от 100 мм до 150 мм.

1) Шаровая мельница Dangoumai является примером подходящего оборудования, имеющегося в продаже, и она была использована при проведении межлабораторного испытания (Приложение А). Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 734 и не означает одобрения этого оборудования со стороны ISO. Может применяться эквивалентное оборудование, если установлено, что его использование приводит к тем же самым результатам.

Стержень воронки должен точно достигать экстракционного патрона при размещении воронки в экстракционном аппарате, как описано в 9.3.4. В воронке находится зафиксированный металлический штифт для удерживания шариков из нержавеющей стали (см. Рисунок 2).

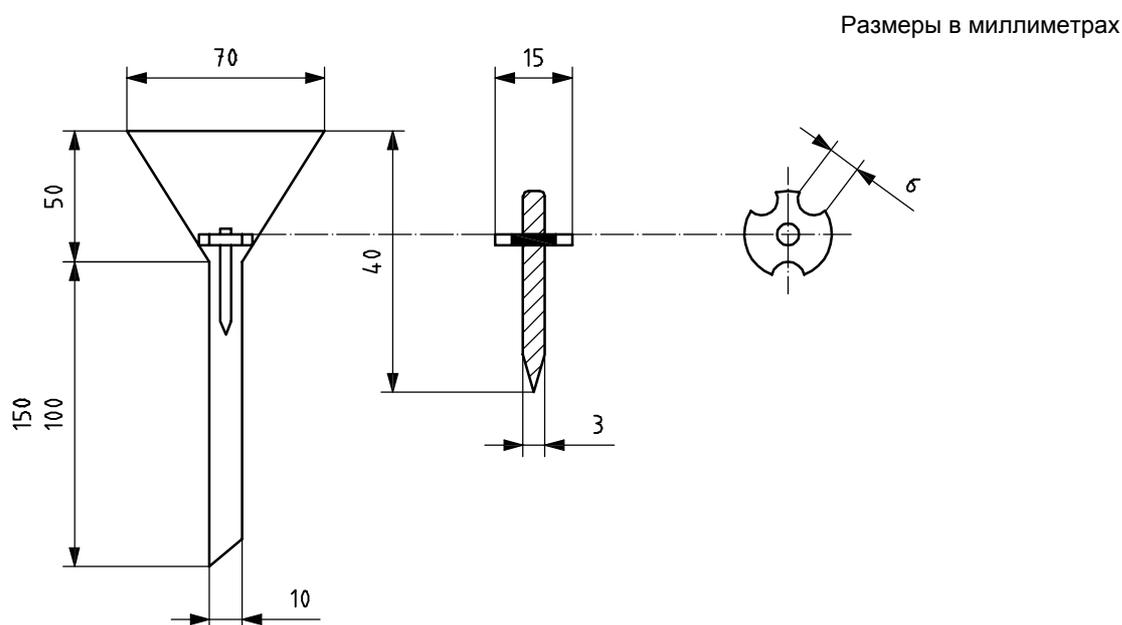


Рисунок 2 — Воронка с зафиксированным металлическим штифтом

6.5 Экстракционный аппарат непрерывного действия²⁾, с притертыми шлифами, состоящий из плоскодонной колбы вместимостью от 100 мл до 200 мл, соединительной трубки (экстрактора) для удерживания экстракционного патрона и обратного холодильника. Аппарат должен включать подходящий нагревательный элемент для кипячения технического гексана с обратным холодильником. Это может быть водяная или паровая баня или электронагреватель, отвечающий требованиям безопасности.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использование других экстракторов при условии, что результаты испытания на стандартном материале с известным содержанием масла подтверждают пригодность аппарата.

6.6 Экстракционные патроны, размерами 25 мм × 100 мм, толщиной стенок 1,5 мм и упрочненным дном.

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].

8 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 5502.

2) Экстракторы типа Twisselmann и Butt extractors 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. Экстрактор типа Butt описан в AOCS Official method Aa 4-38^[4].

9 Методика

9.1 Общие положения

Если необходимо проверить, выполняется ли требование к повторяемости (11.2), выполняют два единичных определения в соответствии с требованиями, указанными в 9.2 - 9.3.11.

9.2 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 0,001 г 5 г хорошо смешанной пробы для испытания в экстракционном патроне (6.6).

9.3 Определение

9.3.1 Переносят содержимое патрона в стакан или пробирку механического микроизмельчителя (6.3), содержащие все шарики из нержавеющей стали.

9.3.2 Добавляют приблизительно 20 мл растворителя (5.1). Закрывают стакан или пробирку для измельчения и встряхивают в микроизмельчителе (6.3) в течение 10 мин или встряхивают в горизонтальном положении пробирки из нержавеющей стали на плоском основании встряхивателя в течение 45 мин в горизонтальном направлении с частотой 240 мин^{-1} , при горизонтальном перемещении 35 мм.

9.3.3 Помещают патрон (6.6) в соединительную трубку (экстрактор) экстракционного аппарата (6.5) и подсоединяют к сухой и взвешенной колбе.

9.3.4 Помещают воронку (6.4) в соединительную трубку таким образом, чтобы стержень воронки находился в верхней четверти патрона.

9.3.5 Затем переливают содержимое стакана для измельчения через воронку в экстракционный патрон таким образом, чтобы шарики остались на металлическом штифте в воронке. Тщательно промывают стакан для измельчения, его крышку и шарики растворителем, чтобы количественно перенести все частицы пробы в экстракционный патрон. Для этого необходимо приблизительно 50 мл растворителя, следовательно, общий объем растворителя составляет приблизительно 70 мл.

9.3.6 Покрывают содержимое экстракционного патрона тампоном из хлопковой ваты (5.2). Присоединяют колбу и соединительную трубку (экстрактор) к холодильнику и помещают весь аппарат на нагревательное устройство.

9.3.7 Экстрагируют в течение 1 ч, отчет времени начинается с момента начала кипения и до того момента, когда скорость кипения с обратным холодильником поддерживается на уровне, по меньшей мере, 5 мл/мин.

9.3.8 Собирают большую часть растворителя в сосуде для сбора экстракционного аппарата с помощью соответствующих приемов. Отбрасывают извлеченный растворитель.

9.3.9 Вынимают колбу из экстракционного аппарата и оставляют примерно на 5 мин на кипящей водяной бане для выпаривания каких-либо остатков растворителя.

9.3.10 Сушат колбу, содержащую масло, в течение 1,5 ч в сушильном шкафу (6.2), отрегулированном на температуру $103 \text{ }^\circ\text{C}$, и взвешивают после охлаждения до комнатной температуры.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Сушка масел с высоким содержанием ненасыщенных кислот (например, льняное масло) может вызвать их окисление. Если такие масла необходимы для других испытаний, могут потребоваться специальные меры предосторожности.

9.3.11 Сушат колбу еще в течение 10 мин при той же температуре и взвешивают после охлаждения. Разность между двумя взвешиваниями не должна превышать 0,01 г. Если это не так, повторяют процедуры сушки и взвешивания.

10 Выражение результатов

10.1 Рассчитывают содержание масла, w_o , выраженное в виде массовой доли в процентах, в пробе для испытания по Формуле (1):

$$w_o = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

где

m_0 масса пробы для испытания (9.2), в граммах;

m_1 масса экстракта после сушки (9.3.10), в граммах.

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_{od} , по Формуле (2):

$$w_{od} = w_o \times \frac{100}{100 - w_{mv}} \quad (2)$$

где w_{mv} — массовая доля в процентах влаги и летучих веществ, определенная согласно ISO 771.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

ISO 734-2:2008
 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	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
	\bar{w}_o % массовая доля	r % массовая доля	R % массовая доля
Шрот из семян рапса, сои и подсолнечника	0–5	0,3	0,8

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на настоящую часть ISO 734;
- d) 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;
- e) полученный(ые) результат(ы);
- f) в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 734-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c93fbad2-3891-4c90-b5d0-1caee2c902c0/iso-734-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c93fbad2-3891-4c90-b5d0-1caee2c902c0/iso-734-2-2008>