
**Масличные семена. Определение
содержания масла (Контрольный
метод)**

Oilseeds. Determination of oil content (Reference method)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 659:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4f1d-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>

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



Ссылочный номер
ISO 659:2009(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, использованным 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 659:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4f1d-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

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

Опубликован в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб	3
8 Приготовление пробы для испытания	4
8.1 Разделение лабораторного образца	4
8.2 Предварительное высушивание	4
8.3 Проба для испытания	4
9 Процедура	6
9.1 Общие положения	6
9.2 Проба для испытания	6
9.3 Определение	7
9.4 “Содержание масла” в примесях	8
10 Выражение результатов	8
10.1 Метод расчета	8
11 Сходимость результатов	11
11.1 Программа межлабораторных испытаний	11
11.2 Повторяемость	11
11.3 Воспроизводимость	11
12 Протокол испытания	11
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания масла	13
Библиография	14

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными 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 этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 659 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 2, *Семена и плоды масличных культур и мука простого помола из масличных семян*

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание¹⁾ (ISO 659:1998), которое пересмотрено технически. Основное изменение заключается во введении дополнительного подраздела (подраздел 8.3.5), касающегося приготовления образца для испытания для семян подсолнечника. Эта новая методика для семян подсолнечника включает дополнительный этап, а именно, измерение влажности после размалывания семян. Это необходимо для коррекции потери влажности, вызванной нагреванием семян во время размалывания по причине особого физического свойства семян подсолнечника.

1) Пользователи должны обратить внимание, что передняя страница и предисловие ISO 659:1998 ошибочно указывают, что это второе издание, тогда как в действительности это третье издание.

Масличные семена. Определение содержания масла. (Контрольный метод)

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения так называемого “содержания масла”, путем экстракции гексаном (или низкокипящим петролейным эфиром) из семян масличных культур, используемых в качестве промышленного сырья. Методика для семян подсолнечника отличается от методик для других семян тем, что в нее входит дополнительное определение влажности после размалывания семян для приготовления образца для испытания.

Метод проверен на семенах рапса, соевых бобах и семенах подсолнечника. Однако это не исключает его применимость по отношению к другим семенам, имеющим коммерческое значение

При необходимости чистые семена и примеси (см. 9.4) могут анализироваться отдельно. Для арахиса (см. 10.1.6), чистые семена, общие тонкие не маслянистые примеси, и маслянистые примеси могут анализироваться отдельно.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа.

ISO 658, *Семена масличных культур. Определение содержания примесей*

ISO 664, *Семена масличных культур. Разделение лабораторного образца на пробы для испытания*

ISO 665, *Семена масличных культур. Определение содержания влаги и летучих веществ*

3 Термины и определения

Применительно к данному международному стандарту используются следующие термины и определения.

3.1

содержание веществ, экстрагируемых гексаном, называемое “содержание масла”

hexane extract

“oil content”

содержание всех веществ, экстрагируемых в рабочих условиях, установленных в данном международном стандарте, выражаемое в процентах по массе продукта в полученном при поставке виде или в виде очищенных зерен

ПРИМЕЧАНИЕ При необходимости оно может выражаться по отношению к сухому веществу.

4 Принцип

Масло экстрагируется из пробы для испытания (навески) с применением подходящей аппаратуры техническим гексаном или легким петролейным эфиром. Растворитель удаляется из экстракта, который взвешивается. По причине разной природы семян, существуют некоторые различия в методике для разных семян.

5 Реактивы

5.1 Технический гексан, *n*-гексан или петролейный низкокипящий эфир, состоящий в основном из углеводородов с шестью атомами углерода, из которых менее 5 % отгоняется при температуре ниже 40 °С и более 95 % отгоняется при температуре от 40 °С до 60 °С или от 50 °С до 70 °С, и который имеет бромное число менее 1. Остаток после полного выпаривания не должен превышать 2 мг на 100 мл.

6 Аппаратура

Используется обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая:

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

6.2 Механическая мельница, легко очищаемая и приспособленная для масличных семян, позволяющая размалывать семена до частиц одинакового размера без нагревания или существенного изменения содержания влаги, летучих веществ или масла.

ПРИМЕЧАНИЕ Указанные ниже мельницы обеспечивают удовлетворительные результаты:

- лабораторная мельница²⁾ фирмы Christy & Norris 8" с сетчатой тарелкой или решетчатым ситом в зависимости от типа семян (напр. сетчатая тарелка с размером отверстий 0,8 мм, решетчатые сита размером отверстий 3 мм и 6 мм; см. 8.3.2, 8.3.3 и 8.3.4);
- ультра центробежная мельница²⁾ фирмы Retsch ZM 200, снабженная решетчатым ситом размером отверстий 1 мм для семян подсолнечника и другими ситами в соответствии с видом семян.

Другие мельницы также могут быть использованы при условии, что они отвечают указанным выше критериям.

6.3 Механический микроизмельчитель, способный измельчать масличные семена до частиц размером менее 160 мкм, за исключением шелухи, размер частиц которой может достигать 400 мкм. Кофемолки и механические измельчители подобного действия не должны использоваться в качестве микроизмельчителей.

ПРИМЕЧАНИЕ Считается пригодной шаровая мельница, состоящая из трубки из нержавеющей стали, объемом около 120 мл, и стальных шариков диаметром 1 см, 2 см и 3 см (весом около 7 г, 30 г и 130 г) в зависимости от размалываемого образца, имеющей чрезвычайно быстрое встряхивание.

Если микроизмельчитель и его запоры предназначены для работы с растворителями, то небольшое количество растворителя (около 20 мл) разрешается добавлять в цилиндр, чтобы повысить скорость экстракции.

2) Мельницы Christy & Norris 8" и Retsch ZM 200— примеры подходящих изделий, имеющих в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего международного стандарта и не является рекламной поддержкой ISO данных изделий.

6.4 Гильза для экстракции (целлюлоза) и хлопковая вата, не содержащие вещества, растворимого в гексане или петролейном низкокипящем эфире.

6.5 Подходящий аппарат для экстракции, снабженный колбой вместимостью от 200 мл до 250 мл.

Экстракторы прямоточного типа, например, Butt, Smalley или Bolton Williams, предпочтительны по причинам безопасности и считаются обеспечивающими более эффективную экстракцию.

Применение других экстракторов обусловливается результатами испытания эталонного материала с известным содержанием масла для подтверждения пригодности аппаратуры. Если используется экстрактор сифонного типа Soxhlet, то по причинам безопасности следует использовать колбу вместимостью 250 мл, а объем растворителя должен быть не менее 150 мл. Это должно предотвратить быстрое вскипание при сифонировании, которое в противном случае может вызвать потерю растворителя и/или части испытуемой пробы.

6.6 Пемза, в мелких частицах, или другие анти-ударные гранулы, предварительно высушенные в сушильном шкафу при температуре $(130 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и охлажденные в эксикаторе.

6.7 Аппаратура для безопасного удаления растворителя из экстракционной гильзы (например, в потоке инертного газа).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Этот процесс должен проводиться под вытяжным колпаком.

6.8 Баня с электрическим подогревом (песочная баня, водяная баня, нагревательный кожух, и т.п.) или **электрическая плитка**.

6.9 Электрический сушильный шкаф, с термостатическим контролем, способный удерживать температуру при $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Сушильный шкаф должен быть приспособлен для работы, как при атмосферном, так и при пониженном давлении (см. 9.3.3).

6.10 Эксикатор, с эффективным обезвоживающим агентом (например, силикагелем с оранжевым индикатором, или P_2O_5).

6.11 Электрический сушильный шкаф, способный удерживать температуру при $(130 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (для семян хлопка, см. 8.3.6).

6.12 Металлическая чашка с плоским дном диаметром 100 мм и высотой около 40 мм.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, описанного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 542.

Важно, чтобы проба, поступающая в лабораторию, была действительно представительной и не была повреждена или изменила свои свойства при транспортировке и хранении.

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Разделение лабораторного образца

Пробу для испытаний готовят в соответствии с ISO 664. Если перед разделением лабораторного образца из него были удалены не масляные посторонние включения большого размера, это учитывают при дальнейшем расчете (см. 10.1.5). В зависимости от требований контракта или инструкций, лабораторный образец отбирают либо в состоянии поставки, либо после удаления из него примесей.

8.2 Предварительное высушивание

8.2.1 Массовая доля содержания влаги в навеске пробы (см. 9.2) должна быть менее 10 % к моменту начала экстракции масла (см. 9.3).

ПРИМЕЧАНИЕ Несоблюдение данного требования может привести к недостоверным результатам и сделать анализ недействительным.

Для оценки содержания влаги в лабораторном образце используют быстрый метод отсеивания (см. 8.1). Если массовая доля влаги более 10 %, уменьшают ее, высушивая пробу для испытания (см. 8.1) в металлической чашке в сушильном шкафу, выдерживаемом при температуре не более 80°C . Частично высушенный материал хранят в герметическом сосуде. Содержание влаги в частично высушенной пробе и в исходной пробе определяют по методу, приведенному в ISO 665, и полученный результат учитывают при окончательном расчете (см. 10.1.8).

8.3 Проба для испытания

8.3.1 Предварительные замечания

Важно, чтобы экстракция масла проводилась в течение 30 мин измельчения пробы, в особенности, если нужно определить содержание свободных жирных кислот в экстрагированном масле.

Следует уделять внимание тщательной очистке всех мельниц до и после измельчения каждого образца. Любой материал, прилипший к рабочей поверхности мельницы, следует объединять с основной порцией измельченного материала.

ПРИМЕЧАНИЕ В дальнейшем тексте понятия "семена" и "ядра" включают в себя как целые семена или ядра, так и их фрагменты после измельчения.

8.3.2 Ядра кокосового ореха

Скорлупой считается даже та часть примесей, которая соединена с ядрами. Скорлупу и грязь следует отделять количественно от ядер перед анализом.

Скорлупа тверда и трудна в измельчении. При совместном измельчении ядер и примесей, почти невозможно получить однородную пробу. Если требуется определить содержание масла всего образца в состоянии поставки, ядра и примеси (скорлупу и загрязнения) анализируют отдельно и рассчитывают содержания масла (см. 10.1.3).

Пробу для испытаний готовят, измельчая отдельно 600г хорошо перемешанных ядер и всю скорлупу и загрязнения, отделенные при количественном определении примесей в соответствии с методом, приведенном в ISO 658.

Установлены следующие пригодные методы измельчения:

- для чистых ядер: измельчение на лабораторной мельнице (6.2) с решетчатым ситом с размером отверстий 6 мм;
- для скорлупы и загрязнений: размалывание в течение 10 мин в микроизмельчителе (6.3) с использованием стального шара диаметром 3 см.

8.3.3 Копра (и кокосовый орех)

Замораживают весь образец перед размалыванием в механической мельнице (6.2).

Механическая мельница с размером отверстия сита 6 мм считается удовлетворительной. Длина частиц должна быть около 2 мм, но не должна превосходить 5 мм. Осторожно перемешивают частицы и незамедлительно проводят определение.

Следует принимать меры для предотвращения конденсации влаги на семенах в процессе измельчения и после него.

8.3.4 Семена крупного и среднего размера (орехов иллайпа-мадуки длиннолистой - орехов масляного дерева, арахиса, сои и т.п., КРОМЕ семян подсолнечника или хлопка)

Пробу измельчают на механической мельнице (6.2), пока главный размер частиц не станет больше 2 мм. Отбрасывают первые частицы (около одной двенадцатой пробы), остаток собирают, аккуратно перемешивают и незамедлительно проводят определение.

Установлены следующие удовлетворительные методы измельчения:

- для сои: механическая мельница с сетчатой тарелкой с размером отверстий 0,8 мм, решетчатым ситом с размером отверстия 1 мм;
- для арахиса: механическая мельница с решетчатым ситом с размером отверстия 3 мм (для проб, содержащих массовую долю масла около 45 %, необходимо предпринять меры во избежание, по возможности, образования пастообразной массы);
- другие семена: механическая мельница с решетчатым ситом с размером отверстий 6 мм.

Размалывание высокомасличных семян зачастую можно облегчить, предварительно замораживая семена при температуре от -10°C до -20°C , однако при этом следует предпринять особые меры для предотвращения конденсации влаги на семенах в процессе и после измельчения.

8.3.5 Семена подсолнечника

Содержание влаги и летучих веществ семян подсолнечника (в состоянии поставки) определяют по целой семечке в соответствии с ISO 665, строго соблюдая периоды сушки, изложенные в методе, установленном в ISO 665. Регистрируют результат определения влажности и содержания летучих веществ (U_1).

Пробу размалывают в механической мельнице (6.2). Во время измельчения подача семян подсолнечника в мельницу должна проводиться медленно во избежание образования пасты. Считается пригодной механическая мельница с решетчатым ситом с размером отверстия 1 мм. Если мельница с решетчатым ситом не применяется, просеивают через сито 2 мм и повторно измельчают материал, который не прошел через сито до тех пор, пока главный размер частиц не станет больше, чем 2 мм. Все просеянное собирают, осторожно перемешивают и неотлагательно определяют влажность и содержание летучих веществ в соответствии с ISO 665, строго соблюдая периоды сушки, изложенные в методе, установленном в ISO 665.

Регистрируют результат определения влажности и содержания летучих веществ, размолотых семян (U_2) и проводят экстракцию масла из размолотых семян, как установлено в Разделе 9.

8.3.6 Хлопчатник

В предварительно взвешенную металлическую чашку (6.12) отвешивают около 15 г пробы в состоянии поставки с точностью до 1 мг. Чашку с семенами помещают в сушильный шкаф (6.11), предварительно нагретый до 130°C и проводят высушивание в течение 2 ч при $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$. Затем чашку вынимают из сушильного шкафа и дают ей остыть на воздухе в течение около 30 мин. Навеску пробы полностью переносят в мельницу (6.2) и проводят измельчение до раздробления семян и хлопкового пуха. Измельченный материал переносят в экстракционную гильзу (6.4) и проводят дальнейшее определение.

8.3.7 Мелкие семена (семена льна, рапса, и т.п.)

Из образца в состоянии поставки отбирают представительную порцию около 100 г и размалывают в механической мельнице (6.2), так чтобы не осталось целых семян. Проверяют, что весь измельченный материал, оставшийся в мельнице, включен в общую массу размолотого материала и все полностью перемешано. Следят за тем, чтобы не было потери влаги из измельченной пробы.

Длительность и скорость (если они переменные) измельчения следует определять предварительно для каждой мельницы и вида семян. Измельчение не должно приводить к разделению “мякоти” и “шелухи” семян, проба не должна быть маслянистой, и не менее 95 % ее массовой доли должно проходить через сито с размером ячейки 1 мм.

Если требуется определить содержание масла в семенах, не содержащих примесей, их удаляют по методу, описанному в ISO 658, и готовят не менее 30 г “чистых” семян (включая размолотые семена), поскольку затруднительно приготовить 100 г очень мелких семян, таких как семя сезама.

9 Процедура

ISO 659:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4f1d-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>

9.1 Общие положения

Проводят два отдельных определения в соответствии с 9.2 и 9.3 и проверяют удовлетворение требований, касающихся повторяемости (см. 11.2). Если они не выполнены, повторяют определение на двух дополнительных испытательных пробах, отобранных из свежего приготовленного образца для испытаний (см. 8.3). Если разности еще превышают значение, заявленное в 11.2, за результат берут среднее арифметическое значение четырех выполненных определений, при условии что максимальная разность между двумя индивидуальными результатами не превышает 1,50 % по абсолютному значению.

9.2 Проба для испытания

9.2.1 Отвешивают $(10 \pm 0,5)$ г размолотого испытательного образца с точностью до 1 мг (см. 8.3). В случае примесей см. в 9.4.

9.2.2 Переносят пробу в пределах 30 мин размалывания в гильзу для экстракции (6.4), с помощью маленького тампона из хлопковой ваты (см. 6.4), который смочен растворителем (5.1), чтобы перенести последние следы размолотого семени из контейнера для взвешивания в гильзу экстракции. Этим же тампоном затыкают гильзу.

9.3 Определение

9.3.1 Подготовка колбы

Колбу (6.5), содержащую немного гранул пемзы (6.6), предварительно высушенной в сушильном шкафу и охлажденной в эксикаторе, взвешивают с точностью до 1 мг.

9.3.2 Экстракция растворителем

9.3.2.1 Общие положения

Продолжительность времен, обусловленных для трех экстракций (см. 9.3.2.2, 9.3.2.3 и 9.3.2.4), можно незначительно менять (например, в пределах ± 10 мин). Ни в коем случае нельзя продлевать продолжительность экстракции (например, на ночь).

9.3.2.2 Первая экстракция

Гильзу (6.4) с навеской пробы помещают в экстракционный аппарат (6.5). В колбу наливают необходимое количество растворителя (5.1). Колбу присоединяют к экстракционному аппарату и устанавливают на электрическую нагревательную баню или горячую плитку (6.8). Нагрев проводят таким образом, чтобы скорость обратного потока растворителя была не менее 3 капель в секунду (кипение умеренное, не интенсивное).

После экстрагирования в течение 4 ч системе дают остыть. Гильзу вынимают из экстракционного аппарата и помещают ее в поток воздуха для удаления большей части оставшегося растворителя (см. 6.7).

9.3.2.3 Вторая экстракция

Содержимое гильзы переносят в цилиндр микроизмельчителя (см. 6.3) и проводят измельчение в течение 7 мин. Для большинства семян удовлетворительные результаты дают шесть стальных шаров диаметром 1 см в цилиндре вместимостью 150 мл; для семени хлопчатника с прилипшим пухом достаточно трех шаров диаметром 2 см.

Смесь помещают обратно в гильзу с помощью небольшого куска хлопковой ваты для извлечения из измельчающего устройства всего остатка измельченных частиц семян. Его также добавляют в гильзу. Гильзу снова помещают в экстракционный аппарат и повторяют экстракцию еще в течение 2 ч, используя ту же колбу, содержащую первый экстракт. Растворителю дают стечь и охладиться, гильзу снова вынимают, удаляют большую часть растворителя, как описано выше (см. 9.3.2.2).

9.3.2.4 Третья экстракция

Повторяют измельчение, как указано выше. Смесь переносят обратно в гильзу, очищают измельчающий аппарат, как описано выше (9.3.2.3), помещают гильзу обратно в экстракционный аппарат. Проводят экстракцию, как указано выше (см. 9.3.2.2) в течение 2 ч, используя ту же колбу.

9.3.3 Удаление растворителя и взвешивание экстракта

Большую часть растворителя удаляют из колбы путем отгонки на электрической нагревающей бане или горячей плитке. Удаление растворителя облегчают продуванием колбы воздухом или, что предпочтительнее, инертным газом (таким как азот или двуокись углерода) в течение коротких промежутков времени. Последние следы растворителя удаляют нагреванием колбы в течение от 30 мин до 60 мин в сушильном шкафу (6.9) при температуре (103 ± 2) °C при атмосферном давлении или при температуре 80 °C под вакуумом.