

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 14244

Первое издание
2014-02-15

Жмыхи и шроты. Определение содержания белков, растворимых в растворе гидроксида калия

*Oilseed meals. Determination of soluble proteins in potassium
hydroxide solution*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14244:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 14244:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14244:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

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 соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

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

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Реактивы.....	1
5 Аппаратура	2
6 Отбор проб	3
7 Методика.....	3
9 Выражение результатов.....	4
10 Прецизионность	4
10.1 Межлабораторное испытание	4
10.2 Повторяемость	4
10.3 Воспроизводимость.....	4
11 Протокол испытания.....	4
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторного испытания	5
Библиография.....	6

[ISO 14244:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Части 2 Директив ISO/IEC (см. www.iso.org/directives).

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве (см. www.iso.org/patents).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

[ISO 14244:2014](#)

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТВТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): [Foreword - Supplementary information](#)

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитет SC 2, *Масличные семена и плоды, жмыхи и шроты*.

Жмыхи и шроты. Определение содержания белков, растворимых в растворе гидроксида калия

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания белков, растворимых в растворе гидроксида калия, в соевом и рапсовом жмыхе, а также гранулах из жмыха семян подсолнечника, которые анализируют с использованием метода Къельдаля, как установлено в ISO 5983-1 и ISO 5983-2.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, частично или полностью, 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 565, *Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий*

ISO 5500, *Отходы переработки масличных семян. Отбор проб*

ISO 5502, *Отходы переработки масличных семян. Подготовка проб для анализа*

ISO 5983-1, *Корма для животных. Определение содержания азота и расчет содержания сырого белка. Часть 1. Метод Къельдаля*

ISO 5983-2, *Корма для животных. Определение содержания азота и расчет содержания сырого белка. Часть 2. Метод с использованием блока для озоления и перегонки с водяным паром*

3 Принцип

Пробу диспергируют в растворе гидроксида калия с pH приблизительно 12,5, перемешивают и центрифугируют. Затем определяют содержание азота в осветленной жидкости методом Къельдаля для расчета содержания сырого белка и сравнивают его со значением сырого белка в исходной пробе.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод Къельдаля описан в ISO 5983-1 и ISO 5983-2.

4 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ 1 Испытания, проводимые в соответствии с настоящим международным стандартом, включают риски для людей и возможность выделения веществ, которые могут наносить ущерб окружающей среде. Поэтому должны быть предприняты меры для предотвращения этих рисков, защиты персонала и предупреждения выделения этих веществ.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ 2 Необходимо обращать внимание на сохранение окружающей среды на всех стадиях этого анализа. Для дополнительной информации рекомендуют ссылаться на стандарт ASTM D4447, в котором дается классификация типа остатков и указываются методы предварительной обработки для их извлечения или удаления.

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

4.1 Гидроксид калия.

4.2 Раствор гидроксида калия, $c(\text{KOH}) = 0,036$ моль/л.

Приготовление: Растворяют 2,4 г гидроксида калия (массовая доля $w = 85$ г/100 г) в 1 000 мл дистиллированной воды.

4.3 н-Гексан или смесь изомеров гексана или петролейный эфир.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.1 Сито, с диаметром отверстий 500 мкм для гранул из жмыха семян подсолнечника и 250 мкм для соевого и рапсового жмыха (как установлено в ISO 565).

5.2 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 0,001 г.

5.3 Сосуды для мешалки, вместимостью 150 мл.

5.4 Магнитная мешалка с указателем количества оборотов в минуту (оборотов/мин) или механическая ротационная мешалка, снабженная осью, при повороте которой центрифужные пробирки полностью переворачиваются.

5.5 Измельчающее устройство. (standards.iteh.ai)

5.5.1 Режущая мельница, типа кофейной мельницы или мельницы, оборудованной сеткой, или эквивалентное устройство. ISO 14244:2014

5.5.2 Циклонная мельница, или подобное устройство. -14244-2014

5.6 Центрифуга, способная создавать относительное ускорение $800 \text{ g} \pm 100 \text{ g}$.

Рассчитывают значение частоты вращения, v , используя Формулу (1):

$$v = 423 \sqrt{\frac{F_c}{d}} \quad (1)$$

где

v частота вращения, в оборотах в минуту;

d диаметр вращения, измеренный между концами противоположных пробирок в направлении вращения, в сантиметрах;

F_c относительное центробежное ускорение (в этом случае 800 g).

5.7 Пипетки мерные с одной меткой, вместимостью 25 мл.

5.8 Бюретка, вместимостью 100 мл.

5.9 Центрифужные пробирки или центрифужные ампулы.

5.10 Фильтровальная бумага, не содержащая азота, или стеклянный тигель с фильтровальной пластиной.

6 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, рассматриваемого в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в стандарте ISO 5500.

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая является действительно представительной и не была повреждена или изменена при транспортировке или хранении.

7 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 5502.

Если содержание жира в пробе превышает 5 %, она должна быть обезжирена путем холодного экстрагирования с использованием *n*-гексана.

8 Методика

8.1 Выполняют определение дважды.

8.2 Измельчают пробу в измельчающем устройстве или любом другом аппарате, который не вызывает ее нагревания, до тех пор, пока она не будет полностью проходить через сито с диаметром отверстий 250 мкм для соевого и рапсового жмыха и 500 мкм для гранул из жмыха семян подсолнечника.

Размер частиц сильно влияет на конечный результат анализа; поэтому рекомендуется выполнять измельчение с осторожностью.

8.3 Взвешивают 1,5 г муки, приготовленной, как указано в 8.2, и помещают ее в сосуд для мешалки вместимостью 150 мл. Если применяют механическую ротационную мешалку, то вместо сосуда для мешалки следует использовать приемник ротационной мешалки.

8.4 Добавляют 75 мл (5.8) раствора гидроксида калия (4.2) и перемешивают с минимальной скоростью в течение 20 мин, чтобы поддерживать все твердые частицы во взвешенном состоянии. В случае применения мешалки используют центрифужную пробирку, устанавливая минимальную скорость вращения.

8.5 Полностью переносят жидкость в центрифужную пробирку или ампулу и центрифугируют в течение 10 мин при относительном ускорении 800 g.

8.6 Если некоторые частицы все еще находятся во взвешенном состоянии, фильтруют осветленную жидкость через бумажный фильтр или стеклянный тигель для предотвращения возможного переноса частиц.

8.7 Отбирают аликвоты фильтрата объемом 25 мл (5.7) определяют содержание азота по методу Къельдаля, как указано в ISO 5983-1 или ISO 5983-2.

ПРИМЕЧАНИЕ Согласно этой процедуре каждая аликвота соответствует 0,5 г исходной измельченной пробы.

8.8 Содержание азота в исходной измельченной пробе должно определяться дважды с использованием метода Къельдаля, как указано в ISO 5983-1 или ISO 5983-2.

9 Выражение результатов

Рассчитывают содержание белков, растворимых в растворе гидроксида калия, w_{sp} , выраженное в виде массовой доли, в граммах растворимых белков (из надосадочной жидкости) на 100 г общего белка, используя Формулу (2):

$$w_{sp} = \frac{N_s}{N_t} \times 100 \quad (2)$$

где

w_{sp} содержание белков, растворимых в растворе гидроксида калия, в граммах на 100 г;

N_s содержание азота, полученное, как указано в 8.7;

N_t содержание азота, полученное, как указано в 8.8.

Записывают в протокол результаты с точностью до первого десятичного знака.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Результаты межлабораторного испытания приводятся в Приложении А для информации.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых однократных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, на идентичном испытуемом материале, в одной лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в короткий промежуток времени, не более чем в 5 % случаев будет превышать среднее арифметическое значений для r , полученных при проведении межлабораторного испытания и приведенных в Таблице А.1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух однократных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев будет превышать среднее арифметическое значений для R , полученных при проведении межлабораторного испытания и приведенных в Таблице А.1.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен устанавливать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- применяемый метод отбора проб, если известен;
- применяемый метод испытания со ссылкой на данный международный стандарт, т.е. ISO 14244;
- все рабочие подробности, не указанные в данном международном стандарте, или считающиеся необязательными, а также подробности о любых инцидентах, которые могут повлиять на результаты;
- полученный результат испытания;
- если проверялась повторяемость, окончательный полученный и объявленный результат.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Для оценки повторяемости и воспроизводимости метода испытания, рассматриваемого в настоящем международном стандарте, было проведено межлабораторное испытание, организованное Институтом сертификации и стандартизации Аргентины (IRAM).

Пробы для испытания от трех различных образцов (соевый жмых, рапсовый жмых и гранулы из жмыха семян подсолнечника) были разосланы в 24 национальные и иностранные лаборатории, а затем были получены результаты из 21 лаборатории. В итоге 87,5 % лабораторий активно участвовали в этом межлабораторном испытании.

Расчет показателей повторяемости и воспроизводимости, полученных для растворимых белков, выполнен с применением статистического анализа в соответствии с требованиями ISO 5725-1^[1] и ISO 5725-2^[2]. Этот анализ был подготовлен лабораторией Complejo Laboratorios of Bolsa de Comercio de Rosario (Аргентина). Статистические результаты представлены в Таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

Показатель	Соевый жмых 1	Соевый жмых 2	Соевый жмых 3	Гранулы из жмыха семян подсолнечника	Рапсовый жмых
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	19	18	18	16	17
Общее среднее, г/100 г	82,24	75,29	51,54	66,27	38,50
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, S_r , г/100 г	1,21	0,62	1,34	2,03	1,37
Предел повторяемости, r ($= 2,8 S_r$)	3,38	1,73	3,75	5,68	3,82
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$ (%)	1,47	0,82	2,60	3,06	3,55
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, S_R , г/100 г	3,04	2,77	4,19	4,60	4,47
Предел воспроизводимости, R ($= 2,8 S_R$)	8,51	7,75	11,73	12,87	12,52
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$ (%)	3,69	3,68	8,13	6,94	11,62

Библиография

- [1] ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1 Общие правила и определения*
- [2] ISO 5725-2, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*
- [3] Evaluation of Protein Solubility as an Indicator of Over processing Soybean Meal
- [4] Araba M., & Dale N.M. Poultry Science. Poultry Science Division, University of Georgia, Athens, Georgia, 30602, 69, 1990, pp. 76–83
- [5] Solubilidad de la proteína: Indicador del procesado de harina (pasta) de soya, Dr. Nick Dale, Asociación Mexicana de Soya/México A.N. N° 89, Primera reimpression, Mayo 1992
- [6] ASTM D4447-1997, *Руководство по удалению лабораторных химикатов и образцов*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14244:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>