ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

МАЛ ЖӘНЕ ӨСІМДІК МАЙЛАРЫ МЕН ТОҢ МАЙЛАР

Құрамындағы ылғал мен ұшпа заттарды анықтау

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания влаги и летучих веществ

ҚР СТ ИСО 662-2008

ISO 662:1998 Animal and vegetable fats and oils. Determination of moisture and volatile matter content (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

МАЛ ЖӘНЕ ӨСІМДІК МАЙЛАРЫ МЕН ТОҢ МАЙЛАР

Құрамындағы ылғал мен ұшпа заттарды анықтау

ҚР СТ ИСО 662-2008

ISO 662:1998 Animal and vegetable fats and oils. Determination of moisture and volatile matter content (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Magzoom Central Group» ЖШС 3-тармақта берілген стандарттың негізінде **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2008 жылғы 30 қазандағы № 560-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ИСО 662:1998 «Мал және өсімдік майлары мен тоң майлар. Құрамындағы ылғал мен ұшпа заттарды анықтау» атты халықаралық стандартымен бірдей. Қазақстан Республикасы экономикасының қажеттіліктерін есепке алатын қосымша ережелер мәтін бойынша көлбеу сызықпен жазылып 2, 11-бөлімдерде берілген

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасы Заңының нормалары іске асырылды

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2013 жыл**
ТЕКСЕРУ МЕРЗІМДІЛІГІ **5 жыл**

6 БІРІНШІ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1 Қолданылу саласы 1
2 Нормативтік сілтемелер 1
3 Терминдер мен анықтамалар 2
4 Әдістің маңызы 2
5 Сынамаларды іріктеу 2
6 Тәжірибелік үлгілерді даярлау 2
7 А әдісі 2
8 В әдісі 3
9 Нәтижелерді өңдеу 4
10 Дәлдік 4
11 Сынақтар хаттамасы 5
А қосымшасы *(анықтамалық)*. Зертханааралық зерттеулердің нәтижелері 6
Қосымша *(анықтамалық)*. Библиография 8

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

МАЛ ЖӘНЕ ӨСІМДІК МАЙЛАРЫ МЕН ТОҢ МАЙЛАР

Құрамындағы ылғал мен ұшпа заттарды анықтау

Енгізілген күні 2009-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандартта мал және өсімдік майлары мен тоң майларының құрамындағы ылғал мен құрғақ затты кептіріп анықтаудың екі әдісі белгіленеді:

- А әдісі, құмды моншаны немесе қыздыру плитасын пайдалану арқылы;
- В әдісі, кептіру шкафын пайдалану арқылы.

А әдісі барлық майлар мен тоң майларға қолданылады.

В әдісі қышқыл саны кемінде 4 болатын құрғамайтын тоң майлар мен майларға ғана қолданылады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік құжаттар қажет. Күні қойылған сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың көрсетілген басылымын ғана қолданады:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында халықаралық, өңірлік және шет мемлекеттердің ұлттық стандарттарын, стандарттау бойынша өзге нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ҚР СТ ИСО/МЭК 17025-2007 Сынау және калибрлеу зертханаларының біліктілігіне қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 28498-90 Сұйық шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынау әдістері.

ИСО 661:2007 Мал және өсімдік майлары мен тоң майлар. Бақылау үлгілерін әзірлеу.

ИСО 5555:2001 Мал және өсімдік майлары мен тоң майлар. Сынамаларды іріктеу.

---

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады*

---

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта мынадай термин тиісті анықтамасымен қолданылды:

Ылғал мен ұшпа заттың құрамы: Осы стандартта белгіленген шарттар жағдайында, 103 ^{0}C ± 2 ^{0}C температурада қыздырған кезде өнім салмағының кемуі.

Ескертпе: Ол салмағы бойынша пайыздық қатынас түрінде өрнектеледі.

4 Әдістің маңызы

Жұмыстық бөлігін 103 ^{0}C ± 2 ^{0}C температура аралығында ылғал заттар мен ұшпа заттар толық жойылғанға (алып тасталу) дейін қыздыру және салмағының кемуін анықтау.

5 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу осы стандартта белгіленген әдістің бөлігі болып табылмайды. Ұсынылатын сынамаларды іріктеу әдісі ИСО 5555 берілген.

Зертханаға тасымалдау мен сақтау кезінде бүлінбеген және ауыстырылмаған сынамалар жіберілуге тиіс.

6 Тәжірибелік үлгілерді дайындау

Тәжірибелік үлгілер ИСО 661 сәйкес дайындалады.

7 А әдісі

7.1 Аспаптар мен жабдықтар

Мынадай зертханалық аспаптар мен жабдықтар қолданылады:

- 0,001 г қателігі болатын аналитикалық таразылар ГОСТ 24104 бойынша;
- түбі тегіс, диаметрі (80 – 90) мм, 30 мм-ге жуық шұңғыл кәрлен немесе шыныдан жасалған шыныаяқ.
- 80 ^{0}C бастап 110 ^{0}C дейін өлшемделген, ұзындығы 100 мм-ге жуық қатайтылған сынап шаригі және жоғарғы ұшында кеңейтілетін камерасы бар термометр ГОСТ 28498 бойынша.
- құм моншасы немесе электр плиткасы.
- құрамында ылғал сіңіргіші болатын ылғалсорғыш.

7.2 Әдістеме

7.2.1 Жұмыстық бөлік (үлгінің)

Алдын ала кептірілген және содан соң термометрмен (7.1.3) бірге өлшенген тостағанға (7.1.2) шамамен 20 г тәжірибелік үлгіні (6-бөлімді қараңыз) 0,001 г-ға дейінгі дәлдікпен өлшейді.

7.2.2 Анықтау.

Жұмыстық бөлігі (7.2.1) бар тостағанды термометрмен үнемі араластыра отырып, температураның шамамен 10^0С/мин бастап 90^0С дейінгі жылдамдықпен көтерілуіне мүмкіндік бере отырып, құм моншасында немесе электр плиткада (7.1.4) қыздырады.

Көпіршіктер тостағанның түбінен көтерілетін кездегі жылдамдыққа назар аудара отырып және температураның 103 ^{0}С ± 2 ^{0}С дейін көтерілуіне мүмкіндік бере отырып, қыздыру жылдамдығын төмендетеді. 105 ^{0}С асырмай қыздырады. Көпіршіктердің бөлінуі тоқтағанға дейін, тостаған түбінен артықтарын жинай отырып, араластыруды жалғастырады.

Барлық ылғалдың жойылғанына сенімді болуы үшін, қыздыру кезеңдері арасында 95 ^{0}С дейін суыта отырып, қыздыруды бірнеше мәрте 103 ^{0}С ± 2 ^{0}С дейін қайталайды. Содан соң тостаған мен термометрді бөлме температурасына дейін ылғалсорғышта (7.1.5) суытады және 0,001 г дейінгі дәлдікпен өлшейді. Бұл операцияны бірінің артынан бірі іле жасалатын өлшемдердің нәтижелері арасындағы айырмашылық 2 мг-нан аспайтын болғанға дейін қайталайды.

7.2.3 Анықтаулар саны

Бір тәжірибелік үлгіден (6-бөлімді қараңыз) таңдап алынған жұмыс бөліктеріне екі анықтау жүргізеді.

8 В әдісі

8.1 Аспаптар мен жабдықтар

Мынадай зертханалық аспаптар мен жабдықтар қолданылады:

- 0,001 г қателікпен тартуға жол беретін аналитикалық таразы ГОСТ 24104 бойынша.
- диаметрі 50 мм және биіктігі 30 мм түбі тегіс шыны сыйымдылық.
- (103 ^{0}С ± 2) ^{0}С температураны ұстап тұруды қамтамасыз ететін электрлік кептіру шкафы.
- ылғал сіңіргіші болатын ылғалсорғыш.

8.2 Әдістеме

8.2.1 Жұмыстық бөлік (үлгінің)

Алдын ала құрғатылған және өлшенген ыдысқа 0,001 г бастап 10 г дейінгі дәлдікпен тәжірибелік үлгіні 6-бөлімді қараңыз) өлшеп салады.

8.2.2 Анықтау.

Жұмыстық бөлігі (үлгі) болатын ыдысты 103 ^{0}С температураны белгілеп, кептіру шкафында (8.1.3) 1 сағат бойы ұстайды. Бөлме температурасына дейін ылғалсорғышта суытады (8.1.4) және содан соң 0,001 г дейінгі дәлдікпен өлшейді. Қыздыру, суыту және өлшеу операциялары қайталанады, бірақ шкафтағы ілеспелі кезеңді әрқайсысын 30 минуттан пайдаланады, ол жұмыс бөлігінің (үлгінің) массасына қарасты кезекті екі өлшеу арасындағы салмағының кемулері 2 немесе 4 мг-нан аспайтын болғанға дейін жасалады.

Е с к е р т п е: Жұмыстық бөлігінің (үлгінің) салмағының қайтадан қыздырғаннан кейін ұлғаюы тоң майдың немесе майдың өздігінен қышқылданғанын көрсетеді. Бұл жағдайда, нәтижелерді есептеу үшін, барынша аз тіркелген салмақты алады немесе А әдісін пайдаланады.

8.2.3 Анықтаулар саны

Бір тәжірибелік үлгіден (6-бөлімді қараңыз) іріктеп алынған жұмыстық бөліктерге (үлгілерге) екі анықтау жүргізеді.

9 Нәтижелерді өңдеу

9.1 Есептеу әдісі

Салмағы бойынша пайыздармен өрнектелген w ылғал мен құрғақ заттардың құрамында болуын мынадай формула бойынша есептейді (1):

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\ \% \qquad (1)$$

m_0 – шыныаяқ мен термометрдің немесе шыны сыйымдылықтың граммен берілген салмағы;

m_1 – қыздыру алдындағы шыныаяқтың, термометрдің және жұмыстық бөліктің (үлгінің) немесе сыйымдылық пен жұмыстық бөліктің (үлгінің) салмағы;

m_2 – шыныаяқтың, термометрдің және қалдықтың немесе сыйымдылық пен қалдықтың қыздырғаннан кейінгі граммен алынған салмағы.

Нәтиже ретінде қайталанушылық талаптарын сақтаған жағдайда, екі анықтаманың орташа арифметикалық мәні алынады.

Нәтижені екінші ондық разрядқа (ондық бөлшек) дейін тіркейді.

10 Дәлдік

10.1 Зертханааралық сынақтар

Әдістің дәлдігі бойынша зертханааралық сынақтардың ерекшеліктері А қосымшасында берілген. Осы зертханааралық сынақтардан алынған мәндер ұсынылғандарды қоспағанда, концентрациялардың диапазондарына және матрицаларына (кестелер) қолданылмауы мүмкін.

10.2 Қайталанушылық

Сол бір оператор тек бір ғана зертханада уақыттың қысқа аралығы шегінде бірдей жабдықты пайдаланып, бірдей сыналған материал бойынша бірдей әдісті пайдаланып жасаған тәуелсіз жекелеген сынақтар арасындағы абсолюттік айырмашылық, 5 %-дан аспайтын жағдайларда, құрамында шамамен 0,3 % ылғал мен құрғақ зат бар 100 г үлгіге 0,03 г артық болмайтын ылғал мен құрғақ затты құрайтын болады.

11 Сынақтар хаттамасы

Сынақтар хаттамасында мынадай ақпарат болуға тиіс:

- үлгіні (сынаманы) сәйкестендіруге арналған ақпарат;
- егер белгілі болса, сынамаларды іріктеудің пайдаланылатын әдісі;
- сынақтардың осы стандартқа арналған сілтемемен бірге пайдаланылатын әдісі;
- сондай-ақ осы стандартта қарастырылмаған немесе сынақтар нәтижесіне әсер етуі мүмкін кез келген оқиғалардың (кездейсоқтық) ерекшеліктерімен бірге міндетті емес болып қарастырылатын процедуралар;
- алынған сынақ нәтижелері; немесе
- қайталанушылықты тексерген жағдайда алынып тіркелген түпкілікті нәтиже.
- *өлшеу белгісіздігі туралы мәліметтер ҚР СТ ИСО/МЭК 17025 сәйкес.*

А қосымшасы
(анықтамалық)

Зертханааралық сынақтар нәтижелері

А.1 және А.2 кестелерінде ұсынылған нәтижелер майлар, май тұқымдары және тоң майлар саудасы жөніндегі қауымдастықтардың халықаралық федерациясы ұйымдастырған және [1] сәйкес жүргізілген тоң майлар мен майлардағы ылғалды және құрғақ заттарды анықтау жөніндегі зертханааралық сынақтардан алынды.

А.1 к е с т е с і – А әдісін пайдалану кезінде алынған нәтижелер (7-бөлімді қараңыз)

Күні	**1993**	**1993**	**1992**	**1991**	**1991**	**1997**		**1998**
Майдың немесе тоң майдың типі	**Күнбағыс майы**		**Пальма майы**	**Сиыр майы**		**Кокос майы**		**Пальма майы**
	Сынама			Сынама		Сынама		
	a	b		a	b	a	b	
Зертханалар саны	27	27	33	17	17	21	21	27
Қабылданған нәтижелер саны	27	27	31	17	17	21	21	21
Жалпы орташа мәні, %	0,13	0,13	0,017	0,260	0,270	0,233	0,231	0,045
Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,01	0,01	0,003	0,01	0,01	0,009	0,011	0,007
Қайталанғыштықтың өзгеру коэффициенті, %	4,68	4,86	15,2	3,99	2,41	3,717	4,593	14,4
Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы, s_R, %	0,02	0,02	0,012	0,03	0,03	0,047	0,052	0,024
Қайталанғыштықтың өзгеру коэффициенті, %	15,5	13,3	66,6	12,7	11,7	20,35	22,37	51,4
Қайталанғыштық шегі r (2,8 s_r) %	0,020	0,020	0,007	0,030	0,020	0,025	0,031	0,020
Қайталанғыштық шегі R (2,8 s_R), %	0,060	0,050	0,033	0,090	0,090	0,132	0,145	0,070

А.2 к е с т е с і – В әдісін пайдалану кезінде алынған нәтижелер (8-бөлімді қараңыз)

Күні	**1995**	**1995**	**1993**	**1993**	**1991**	**1991**	**1989**
Майдың немесе тоң май типі	**Зәйтүн майы**		**Күнбағыс майы**		**Сиыр майы**		**Балық майы**
	Сынама		Сынама		Сынама		
	a	b	a	b	a	b	
Зертханалар саны	51	51	25	25	25	25	49
Қабылданған нәтижелер саны	51	51	25	25	24	25	39
Жалпы орташа мәні, %	0,040	0,094	0,130	0,130	0,250	0,250	0,090
Қайталанғыштық тың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,04	0,005	0,01	0,01	0,01	0,01	0,006
Қайталанғыштық тың өзгеру коэффициенті, %	10,00	5,32	5,24	4,06	3,97	3,25	6,43
Қайталанғыштық тың стандартты ауытқуы, s_R, %	0,16	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,03
Қайталанғыштық тың өзгеру коэффициенті, %	40,0	21,28	18,9	19,70	18,2	14,4	34,63
Қайталанғыштық шегі r (2,8 s_r) %	0,012	0,013	0,020	0,010	0,030	0,020	0,020
Қайталанғыштық шегі R (2,8 s_R), %	0,046	0,056	0,070	0,070	0,110	0,100	0,090

Қосымша
(анықтамалық)

Библиография

[1] ИСО 5725:1986 Сынақ әдістерінің дәлдігі. Зертхана-аралық сынақтар жүргізу жолымен стандарттық сынау әдісінің қайталанғыштығы мен өндірімділігін анықтау

ӘОЖ 662.547/47.353.36.239 **МСЖ 67.200.10**

Түйінді сөздер: мал және өсімдік майлары және тоң майлар, ылғал құрамы, ұшпа заттар құрамы, сынақтар хаттамасы

Ескертулер үшін

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания влаги и летучих веществ

ISO 662:98 Animal and vegetable fats and oils. Determination of moisture and volatile matter content (IDT)

СТ РК ИСО 662-2008

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТОО «Magzoom Central Group» на основе аутентичного перевода стандарта, приведенного в п.3

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 30 октября 2008 года № 560-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 662:98 «Растительные и животные жиры и масла. Определение содержания влаги и сухого вещества» («Animal and vegetable fats and oils. Determination of moisture and volatile matter content»). При этом дополнительные положения, учитывающие потребности национальной экономики Республики Казахстан приведены в разделах 2, 11, которые выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2013 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Отбор проб 2
6 Подготовка опытных образцов 2
7 Метод А 2
8 Метод В 3
9 Обработка результатов 4
10 Точность 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А *(справочное)*. Результаты межлабораторных испытаний 6
Приложение *(справочное)*. Библиография 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определения содержания влаги и летучих веществ

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания влаги и летучих веществ в жирах и маслах животных и растительных:

- метод А с использованием песчаной бани или электрической плитки;
- метод В с использованием сушильного шкафа.

Метод А применим ко всем жирам и маслам.

Метод В применим только к невысыхающим жирам и маслам с кислотным числом менее 4.

Настоящий стандарт не распространяется на лауриновые масла.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ИСО 661-2007 Масла и жиры животные и растительные. Приготовление контрольных проб.*

ИСО 5555-2001 Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб.*

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

Содержание влаги и летучего вещества (moisture and volatile matter content)**:** Потеря в массе продукта при нагревании при температуре 103 °С ± 2 °С при условиях, установленных в настоящем стандарте.

Примечание - Оно выражается в виде процентного отношения по массе.

4 Сущность метода

Нагревание рабочей части при температуре (103 ± 2) °С до полного устранения (удаления) влажных и летучих веществ и определение потери в массе.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб представлен в ИСО 5555.

В лабораторию должны поступать не поврежденные и не замененные во время транспортировки и хранения пробы.

6 Подготовка опытных образцов

Опытные образцы подготавливают в соответствии с ИСО 661.

7 Метод А

7.1 Приборы и оборудование

Применяют следующие лабораторные приборы и оборудование:

- аналитические весы с погрешностью ± 0,001 г по ГОСТ 24104;
- чашка, изготовленная из фарфора или стекла, от 80 до 90 мм диаметром, 30 мм глубиной, с плоским дном;
- термометр, градуированный от 80 °С до 110 °С, 100 мм длиной с упрочненным ртутным шариком и расширительной камерой на верхнем конце по ГОСТ 28498;
- песчаная баня или электрическая плитка;
- эксикатор, содержащий влагопоглотитель.

7.2 Методика

7.2.1 Рабочая часть (образца)

Отвешивают с точностью до 0,001 г, 20 г опытного образца (см. раздел 6) в чашку, которая была предварительно высушена и затем взвешена вместе с термометром.

7.2.2 Определение

Чашку с рабочей частью нагревают на песчаной бане или электрической плитке, давая температуре подняться со скоростью 10 °С/мин до 90 °С, при постоянном перемешивании термометром.

Снижают скорость нагревания, обращая внимание на скорость, при которой пузыри поднимаются со дна чашки и, позволяя температуре подняться до (103 ± 2) °С, не нагревают свыше 105 °С. Продолжают перемешивать, собирая излишки со дна чашки, до прекращения выделения пузырей.

Для гарантирования удаления всей влаги, повторяют нагревание до (103 ± 2) °С несколько раз, между периодами нагревания, охлаждая до 95 °С. Затем чашке и термометру дают остыть в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,001 г. Данную процедуру повторяют до тех пор, пока разность между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 2 мг.

7.2.3 Количество определений

Проводят два определения на рабочих частях, отобранных из одного и того же опытного образца (см. раздел 6).

8 Метод В

8.1 Приборы и оборудование

Применяют следующие лабораторные приборы и оборудование:

- аналитические весы по ГОСТ 24104, допускающие взвешивание с погрешностью ± 0,001 г.
- стеклянная емкость, 50 мм в диаметре и 30 мм высотой с плоским дном.
- электрический сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (103 ± 2) °С.
- эксикатор, содержащий влагопоглотитель.

8.2 Методика

8.2.1 Рабочая часть (образца)

Отвешивают, с точностью до 0,001 г, 10 г опытного образца (см. раздел 6) в емкость, которая была предварительно высушена и затем взвешена.

8.2.2 Определение

Емкость с рабочей частью (образца) выдерживают в течение 1 ч в сушильном шкафу, установив температуру 103 °С. Дают остыть до (24 ± 2) °С в эксикаторе и затем взвешивают с точностью до 0,001 г. Операции нагревания, охлаждения и взвешивания повторяют, но используют последовательные периоды в шкафу по 30 мин каждый, до тех пор, пока

потеря массы между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 4 мг, в соответствии с массой рабочей части (образца).

Примечание - Увеличение массы рабочей части (образца) после повторного нагревания показывает на то, что произошло самоокисление жира или масла. В этом случае для расчета результата берут наименьшую зафиксированную массу или используют метод А.

8.2.3 Число определений

Проводят два определения на рабочих частях (образца), отобранных из одного и того же опытного образца (см. раздел 6).

9 Обработка результатов

9.1 Метод вычисления

Содержание влаги и сухих веществ w, выраженное в процентах по массе, вычисляют по формуле (1):

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\ \% \qquad (1)$$

где m_0 – масса, в граммах, чашки и термометра или стеклянной емкости;

m_1 – масса, в граммах, чашки, термометра и рабочей части (образца) или емкости и рабочей части (образца) перед нагреванием;

m_2 – масса, в граммах, чашки, термометра и остатка, или емкости и остатка после нагревания.

За результат берут среднее арифметическое двух определений, при условии соблюдения требования повторяемости.

Результат регистрируют до второго десятичного разряда (десятичной дроби).

10 Точность

10.1 Межлабораторные испытания

Особенности межлабораторных испытаний по точности метода, приведены в приложении А. Значения, полученные из этих межлабораторных испытаний, могут быть неприменимыми к диапазонам и матрицам (таблицам) концентраций, за исключением представленных.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами независимых отдельных испытаний, полученных при использовании одинакового метода по идентичному испытуемому материалу в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, при использовании одинакового оборудования в пределах короткого интервала времени, в не более 5 % случаев, будет

составлять более 0,03 г влаги и сухого вещества на 100 г образца, с содержанием влаги и сухого вещества 0,3 %.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- информацию для идентификации образца (пробы);
- используемый метод отбора проб, если известно;
- используемый метод испытаний, со ссылкой на настоящий стандарт;
- а также процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или рассматриваемые в качестве необязательных, вместе с особенностями любых инцидентов (случайностей), которые могли повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний; или
- в случае проверки повторяемости, полученный конечный зарегистрированный результат.
- *сведения о неопределенности измерений в соответствии с СТ РК ИСО/МЭК 17025.*

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Результаты, представленные в таблицах А.1 и А.2, были получены из межлабораторных испытаний по определению влаги и сухого вещества в жирах и маслах, организованных Международной федерацией ассоциаций по торговле маслами, маслосеменами и жирами (FOSFA) и проводимых в соответствии с [1].

Т а б л и ц а А.1 – Результаты, полученные при использовании метода А (см. раздел 7)

Дата	1993	1993	1992	1991	1991	1997		1998
Тип масла или жира	Подсолнечное масло		Пальмовое масло	Говяжий жир		Кокосовое масло		Пальмовое масло
	Проба			Проба		Проба		
	a	b		a	b	a	b	
Кол-во лабораторий	27	27	33	17	17	21	21	27
Кол-во принятых результатов	27	27	31	17	17	21	21	21
Общее среднее значение, %	0,13	0,13	0,017	0,260	0,270	0,233	0,231	0,045
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,01	0,01	0,003	0,01	0,01	0,009	0,011	0,007
Коэффициент изменчивости повторяемости, %	4,68	4,86	15,2	3,99	2,41	3,717	4,593	14,4
Стандартное отклонение повторяемости, s_R, %	0,02	0,02	0,012	0,03	0,03	0,047	0,052	0,024
Коэффициент изменчивости повторяемости, %	15,5	13,3	66,6	12,7	11,7	20,35	22,37	51,4
Предел повторяемости r (2,8 s_r) %	0,020	0,020	0,007	0,030	0,020	0,025	0,031	0,020
Предел повторяемости R (2,8 s_R), %	0,060	0,050	0,033	0,090	0,090	0,132	0,145	0,070

Т а б л и ц а А.2 – Результаты, полученные при использовании метода В (см раздел 8)

Дата	1995	1995	1993	1993	1991	1991	1989
Тип масла или жира	Соевое масло		Подсолнечное масло		Говяжий жир		Рыбий жир
	Проба		Проба		Проба		
	a	b	a	b	a	b	
Кол-во лабораторий	51	51	25	25	25	25	49
Кол-во принятых результатов	51	51	25	25	24	25	39
Общее среднее значение, %	0,040	0,094	0,130	0,130	0,250	0,250	0,090
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,04	0,005	0,01	0,01	0,01	0,01	0,006
Коэффициент изменчивости повторяемости, %	10,00	5,32	5,24	4,06	3,97	3,25	6,43
Стандартное отклонение повторяемости, s_R, %	0,16	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,03
Коэффициент изменчивости повторяемости, %	40,0	21,28	18,9	19,70	18,2	14,4	34,63
Предел повторяемости r (2,8 s_r) %	0,012	0,013	0,020	0,010	0,030	0,020	0,020
Предел повторяемости R (2,8 s_R), %	0,046	0,056	0,070	0,070	0,110	0,100	0,090

Приложение
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 5725:1986 Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода испытаний путем проведения межлабораторных испытаний (Precision of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests)

УДК 662.547/47.353.36.239 **МКС 67.200.10**

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, содержание влаги, содержание летучих веществ, протокол испытаний

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru