МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO 665— 2017**

# СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

## Определение содержания влаги и летучих веществ

(ISO 665:2000, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен АО «ВНИИС»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2017 г. № 100-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 сентября 2017 г. № 1185-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 665—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 665:2000 «Семена масличных культур. Определение содержания влаги и летучих веществ» («Oilseeds — Determination of moisture and volatile matter content», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 2 «Масличные семена и фрукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Термины и определения . . . . . 1
4 Сущность метода . . . . . 1
5 Реактивы и материалы . . . . . 1
6 Отбор проб . . . . . 2
7 Подготовка образца для анализа . . . . . 2
8 Проведение испытания . . . . . 2
9 Выражение результатов . . . . . 2
10 Прецизионность . . . . . 2
11 Протокол испытания . . . . . 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания влаги и летучих веществ в семенах рапса, подсолнечника и соевых бобов . . . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам . . . . . 7
Библиография . . . . . 8

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т

# СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

## Определение содержания влаги и летучих веществ

Oilseeds. Determination of moisture and volatile matter content

**Дата введения — 2019—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на семена масличных культур и устанавливает метод определения содержания влаги и летучих веществ.

## 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 664 Oilseeds. Reduction of laboratory sample to test sample (Семена масличных культур. Разделение лабораторных образцов на пробы для испытаний)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте используют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание влаги и летучих веществ** (moisture and volatile matter tent): Потеря массы пробы, измеренная при определенных условиях, установленных в настоящем стандарте.

Примечание — Представляется как массовая доля в процентах.

## 4 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы семян масличных культур при температуре (103 ± 2) °С в сушильной печи постоянной массы.

## 5 Реактивы и материалы

5.1 Весы аналитические, обеспечивающие точность взвешивания до 0,001 г.

5.2 Механическая мельница, которую легко мыть, подходящая для анализируемых семян и измельчающая семена без нагревания и заметных изменений содержания влаги и летучих веществ.

5.3 Механическая терка или ручная терка.

5.4 Бюксы металлические или стеклянные с крышками диаметром 70 мм и высотой от 30 до 40 мм), позволяющие распределить в нем анализируемую пробу слоем в 0,2 г/см$^2$. Металл должен быть инертным в условиях испытания.

5.5 Электрическая печь, с термостатическим контролем и хорошей естественной вентиляцией, обеспечивающая регулирование температуры воздуха и корпуса вблизи лабораторной пробы в диапазоне от 101 °С до 105 °С.

**Издание официальное**

5.6 Эксикатор, содержащий эффективное осушающее средство, например, оксид фосфора (V), силикагель, активный глинозем, и т. д., и снабженный керамической подставкой, которая позволяет бюксам (см. 5.4) быстро охлаждаться.

## 6 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в [1]. Большое значение имеет получение лабораторией представительной пробы, которая не претерпела изменений и повреждений во время транспортирования и хранения.

## 7 Подготовка образца для анализа

7.1 Пробу для анализа готовят путем сокращения лабораторной пробы в соответствии с ISO 664. Если крупные посторонние частицы удалили до сокращения лабораторной пробы, их масса учитывается в расчетах (см. 9.2).

7.2 Пробу копры (маслянистого эндосперма кокосовых орехов) трут руками или с помощью механической терки (см. 5.3), которая позволяет обработать всю пробу целиком. При обработке пробы копры вручную учитывают размер и цвет различных фрагментов. Длина частиц после сортировки от 2 до 5 мм. Осторожно смешивают частицы и сразу высушивают.

7.3 В случае семян среднего размера (арахис и т. д.), за исключением семян подсолнечника, соевых бобов и опушенных семян хлопчатника, пробу, предварительно хорошо вымытую, пропускают через механическую мельницу (см. 5.2). Семена арахиса, клещевины, сои и др. предварительно разрезают на части толщиной меньше 2 мм. Первые полученные частицы отбрасывают (примерно двадцатую часть пробы). Остальное собирают, тщательно перемешивают и высушивают.

7.4 Мелкие семена (лен, рапс, конопля, и т. д.), а также семена сафлора, подсолнечника и опушенные семена хлопчатника анализируют без предварительного измельчения.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Подготовка лабораторной пробы

8.1.1 Бюксу с крышкой сушат в течение 1 ч при температуре (103 ± 2) °С, что соответствует указанному в 5.5 диапазону, и затем помещают в эксикатор. Взвешивают бюксу (см. 5.4) вместе с крышкой с точностью до 0,001 г после того, как она находилась открытой не менее 30 мин в эксикаторе (см. 5.6) при температуре лаборатории.

8.1.2 Взвешивают лабораторную пробу с точностью до 0,001 г массой,

- либо (5 ± 0,5) г тертого продукта (см. 7.2) в случае копры, или муки (см. 7.3), или семян среднего размера, кроме семян сафлора, подсолнечника соевых бобов или опушенные семена хлопчатника,
- либо от 5 до 10 г целых (не измельченных) семян в случае семян сафлора, подсолнечника соевых бобов или опушенные семена хлопчатника и мелких семян.

Взвешенную пробу помещают в бюксу и равномерно распределяют по дну бюксы и закрывают сосуд крышкой. Взвешивают бюксу с пробой с точностью до 0,001 г.

8.1.3 Эти операции выполняют максимально быстро, чтобы избежать заметного изменения содержания влаги.

### 8.2 Проведение испытания

Помещают бюксу с открытой крышкой и анализируемой пробой в печь (см. 5.5), с установленной температурой (103 ± 2) °С. Закрывают печь. Время сушки для всех семян рассчитывают после установления температуры (103 ± 2 ) °С. Через 3 ч (для опушенных семян хлопчатника от 12 до 16 ч) высушивания открывают печь. Сразу же закрывают бюксу крышкой и помещают его в эксикатор. Как только сосуд охладится до комнатной температуры, взвешивают его с точностью до 0,001 г.

Возвращают бюксу с пробой, сняв крышку, в печь. Через 1 ч повторяют операции.

Если разность между двумя взвешиваниями будет равна или меньше 0,005 г (для пробы массой 5 г), определение считают законченным. В случае большей разности результатов, пробу дополнительно высушивают в печи периодами по 1 ч, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или меньше 0,005 г.

Не допускается укладывать в печь влажные пробы вместе с почти сухими пробами, так как последние в этом случае снова впитают влагу.

На одной и той же пробе выполняют два параллельных испытания двух параллельных определений.

## 9 Выражение результатов

9.1 Содержание влаги и летучих веществ, *w*, %, вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где $m_0$ — масса бюксы, г;

$m_1$ — масса бюксы с пробой до сушки, г;

$m_2$ — масса бюксы с пробой после сушки, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений (см. 8.2), если разность между результатами меньше 0,2 % (массовая доля).

В другом случае, повторяют определение на двух других лабораторных пробах. Готовят две лабораторные пробы, берут по две навески от каждой из проб и проводят четыре параллельных определения по 8.2. Если и в этот раз разность результатов превышает 0,2 г на 100 г пробы, берут за результат среднеарифметическое значение результатов из четырех выполненных определений, при условии, что максимальная разность между отдельными результатами не превышает 0,5 г на 100 г пробы.

Результат выражают до первого знака после запятой.

9.2 Если до анализа от пробы были отделены крупные немасличные посторонние частицы (см. 7.1), результат, *w,* полученный по формуле 1, умножают на

$$\frac{100 - X}{100}, \quad (2)$$

где $X$ — процент по массе крупных примесей, предварительно отделенных, в исходном материале до формирования лабораторной пробы.

9.3 В партиях семян без крупных посторонних частиц содержание влаги и летучих веществ рассчитывают по формуле, приведенной в 9.1.

## 10 Прецизионность

### 10.1 Межлабораторные испытания

Детали межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода сведены в приложении А. Значения, выведенные из результатов межлабораторного исследования, могут оказаться неприменимыми к диапазонам концентраций и матрицам, кроме рассмотренных.

### 10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя отдельными независимыми результатами испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и те же оператором, работающем на одном и том же оборудовании, в течение короткого интервала времени, будет не более чем 5 % случаев выше следующих значений (абсолютных значений):

- для рапса ..... 0,2 %;
- для соевых бобов ..... 0,4 %;
- для семян подсолнечника ..... 0,2 %.

**10.3 Воспроизводимость**

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами, работающими на разном оборудовании, будет не более чем 5 % случаев выше следующих значений (абсолютных значений):

- для рапса ..... 0,4 %;
- для соевых бобов ..... 2,0 %;
- для семян подсолнечника ..... 0,4 %.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, если известно;
- использованный метод, со ссылкой на данный стандарт;
- все рабочие детали, не установленные в данном стандарте, или считающиеся необязательными, наряду с подробным описанием всех изменений, которые могли повлиять на результаты;
- полученный результат (среднеарифметическое от двух определений, если условия повторяемости проверены), с четким указанием, представляет результат «содержание влаги и летучих веществ» в продукте без очистки или «содержание влаги и летучих веществ» в семенах с предварительной очисткой от примесей.

## Приложение А
## (справочное)

## Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания влаги и летучих веществ в семенах рапса, подсолнечника и соевых бобов

### А.1 Семена рапса

Межлабораторные испытания были проведены во Франции, в 1986/1987 гг. Число участвующих лабораторий составило 15, а число повторов 2 (см. таблицу А.1).

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний семян рапса

| | Круг 1 | Круг 2 | Круг 3 |
|---|---|---|---|
| Число лабораторий после удаления выбросов | 14 | 12 | 15 |
| Среднее значение для всего продукта, % | 7,83 | 8,27 | 9,06 |
| Стандартное отклонение повторяемости, $s_r$, всего продукта, % | 0,04 | 0,10 | 0,05 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 0,5 | 1,1 | 0,5 |
| Предел повторяемости, $r$ [2,8 · $s_r$], всего продукта, % | 0,12 | 0,27 | 0,13 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, $s_R$, всего продукта, % | 0,16 | 0,20 | 0,13 |
| Коэффициент вариации вопроизводимости, % | 2,0 | 2,5 | 1,5 |
| Предел воспроизводимости, $R$ [2,8 · $s_R$], всего продукта, % | 0,44 | 0,58 | 0,38 |

### А.2 Семена подсолнечника

Межлабораторные испытания были проведены во Франции 1986/1987 гг. Число участвующих лабораторий составило 15, а число повторов 2 (см. таблицу А.2).

Таблица А.2 — Результаты межлабораторных испытаний семян подсолнечника

| | Круг 1 | Круг 2 | Круг 3 |
|---|---|---|---|
| Число лабораторий после удаления выбросов | 10 | 14 | 13 |
| Среднее значение для всего продукта, % | 7,32 | 7,79 | 8,29 |
| Стандартное отклонение повторяемости, $s_r$, всего продукта, % | 0,06 | 0,08 | 0,09 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 0,8 | 1,1 | 1,1 |
| Предел повторяемости, $r$ [2,8 · $s_r$], всего продукта, % | 0,16 | 0,24 | 0,25 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, $s_R$, всего продукта, % | 0,07 | 0,13 | 0,18 |
| Коэффициент вариации вопроизводимости, % | 0,9 | 1,6 | 2,2 |
| Предел воспроизводимости, $R$ [2,8 · $s_R$], всего продукта, % | 0,19 | 0,36 | 0,51 |

### А.3 Соевые бобы

Два межлабораторных испытания были организованы во Франции на международном уровне Техническим центром Centre technique interprofessionnel des oléagineux métropolitains (CETIOM). Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [2] и [3], чтобы получить показатели прецизионности, показанные в таблицах А.3 и А.4.

Первое испытание было выполнено в 1996 г. Число участвовавших лабораторий 11, с тремя образцами соевых бобов и двумя повторами (см. таблицу А.3).

Второе испытание было выполнено в 1997 г. Число участвовавших лабораторий 13, с тремя образцами соевых бобов и двумя повторами (см. таблицу А.4).

Таблица А.3 — Результаты первого испытания

| | Круг 1 | Круг 2 | Круг 3 |
|---|---|---|---|
| Число участвовавших лабораторий | 11 | 11 | 11 |
| Число лабораторий после удаления выбросов | 9 | 10 | 8 |
| Среднее значение, % | 5,18 | 3,86 | 16,16 |
| Стандартное отклонение повторяемости, $s_r$, всего продукта, %<br>Коэффициент вариации повторяемости, %<br>Предел повторяемости, $r$ [2,8 · $s_r$], всего продукта, % | 0,084<br>1,62<br>0,238 | 0,080<br>2,069<br>0,226 | 0,065<br>0,402<br>0,184 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, $s_R$, %<br>Коэффициент вариации вопроизводимости, %<br>Предел воспроизводимости, $R$ [2,8 · $s_R$], всего продукта, % | 0,262<br>5,059<br>0,742 | 0,466<br>12,072<br>1,319 | 0,399<br>2,469<br>1,129 |

Таблица А.4 — Результаты второго испытания

| | Круг 1 | Круг 2 | Круг 3 |
|---|---|---|---|
| Число участвовавших лабораторий | 13 | 13 | 13 |
| Число лабораторий после удаления выбросов | 12 | 13 | 13 |
| Среднее значение, % | 12,60 | 18,01 | 13,20 |
| Стандартное отклонение повторяемости, $s_r$, всего продукта, %<br>Коэффициент вариации повторяемости, %<br>Предел повторяемости, $r$ [2,8 · $s_r$], всего продукта, % | 0,061<br>0,486<br>0,173 | 0,147<br>0,815<br>0,415 | 0,092<br>0,697<br>0,260 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, $s_R$, %<br>Коэффициент вариации вопроизводимости, %<br>Предел воспроизводимости, $R$ [2,8 · $s_R$], всего продукта, % | 0,312<br>2,478<br>0,884 | 1,252<br>6,95<br>3,542 | 0,544<br>4,118<br>1,538 |

## Приложение ДА
## (справочное)

## Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| ISO 664 | MOD | ГОСТ 29141—91 (ИСО 664—90) «Семена масличных культур. Выделение пробы для анализа из средней пробы» |

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее обозначение степени соответствия стандарта:

- MOD — модифицированный стандарт.

## Библиография

[1] ISO 542:1990, *Oilseeds; sampling (Семена масличных культур. Отбор проб)*

[2] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения]*

[3] ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]*

УДК 633.85:006.354 МКС 67.200.20 IDT

Ключевые слова: семена масличных культур, определение влаги, определение летучих веществ

**БЗ 10—2017/37**

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 22.09.2017. Подписано в печать 09.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 30 экз. Зак. 1768.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru