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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 658— 2013

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

Определение содержания примесей

(ISO 658:2002, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и 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 Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации 72 «Нанотехнологии» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 августа 2016 г. № 941-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 658—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 658:2002 «Семена масличных культур. Определение содержания примесей» («Oilseeds — Determination of content of impurities», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие 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, 2016

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 . . . 2
5 Средства измерений и испытательное оборудование . . . 2
6 Отбор проб . . . 2
7 Приготовление пробы для испытаний . . . 2
8 Порядок проведения испытаний . . . 2
8.1 Рабочая проба . . . 2
8.2 Определение . . . 2
9 Выражение результатов . . . 3
9.1 Метод вычисления . . . 3
10 Прецизионность . . . 5
10.1 Межлабораторное испытание . . . 5
10.2 Повторяемость . . . 5
10.3 Воспроизводимость . . . 6
11 Протокол испытаний . . . 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам . . . 7
Библиография . . . 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

Определение содержания примесей

Oilseeds. Determination of content of impurities

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения примесей в семенах масличных культур, применяемых как промышленное сырье.

Настоящий стандарт устанавливает различные категории примесей.

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 659 Oilseeds. Determination of oil content (Reference method) [Семена масличных культур. Определение содержания масла (Контрольный метод)]

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **примеси в семенах масличных культур** (impurities in oilseeds): Все посторонние органические и неорганические вещества, за исключением семян масличных культур.

3.2 **мелкие частицы в семенах масличных культур** (fines in oilseeds): Частицы, проходящие через сита с размерами отверстий, приведенными в таблице 1, в соответствии с рассматриваемыми видами.

Примечание — В случае с соей клубневой крупа, приготовленная из семян, содержащихся в мелких частицах, не считается примесью.

3.3 **немасличные примеси** (non-oleaginous impurities): Немасличные посторонние предметы, фрагменты стебля, листьев и других немасличных частей, принадлежащих рассматриваемым масличным семенам, задержанных ситом с размерами отверстий, приведенными в таблице 1.

Пример — Обломки древесины, куски металла, камни, семена немасличных культур и шелуха, свободная и прилипающая к пальмоядровому маслу.

Примечание — В случае если семена продаются в шелухе, например семена подсолнечника (Helianthus annuus) или семена тыквы (Curcurbita pepo L.), свободная шелуха считается примесью, если ее пропорция больше, чем соответствующих семян, присутствующих в одной пробе.

Издание официальное

3.4 **масличные примеси** (oleaginous impurities): Семена масличных культур, за исключением рассматриваемых видов.

4 Сущность метода

Необходимо разделить примеси после просеивания и сортировки, на три категории:
- мелкие частицы;
- немасличные примеси;
- масличные примеси.

Необходимо определять массу общих примесей или в зависимости от ситуации, массу каждой категории примеси.

5 Средства измерений и испытательное оборудование

5.1 Сита, имеющие круглые отверстия с диаметрами, приведенными в таблице 1.

5.2 Щипцы или другие аналогичные инструменты.

5.3 Аналитические весы, допускающие взвешивание с точностью до 0,005 г.

5.4 Разделители проб, допускающие отбор 10 г аликвотных проб мелкосеменных и 100 г аликвотных проб семян подсолнечника и соевых бобов.

Таблица 1 — Размеры отверстия сита

Наименование продукции	Диаметр отверстия, мм
Копра	2,0
Семена средние и крупносеменные (см. ISO 664)	1,0
Мелкосеменные (см. ISO 664)	0,5

6 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Метод отбора проб описан в [1].

Необходимо, чтобы лаборатория получила пробу без повреждений и изменений при транспортировке или хранении.

7 Приготовление пробы для испытаний

Пробу необходимо готовить для испытаний в соответствии с ISO 664.

8 Порядок проведения испытаний

Примечание — Необходимо проверить соответствие пределов повторяемости (10.2), выполнить два отдельных испытания в соответствии с 8.2.2—8.2.3.

8.1 Рабочая проба

В качестве рабочей пробы отбирают полную пробу для испытаний (см. раздел 7). Для полного анализа необходимы две или четыре пробы для испытаний (см. 10.2).

Взвешивают рабочую пробу с точностью до 0,1 г.

8.2 Определение

8.2.1 Общие положения

Определение содержания примесей необходимо выполнять сразу, во избежание потери влажности в семенах.

8.2.2 Разделение мелких частиц

Отделить мелкие частицы количественно, при помощи просеивания анализируемой пробы на сите (см. 5.1) и собрать их.

В случае с соей клубневой собрать общие мелкие частицы, которые включают мелкие частицы семян и немасличные мелкие частицы. Необходимо взвесить их с точностью до 0,01 г и определить содержание масла методом, установленным в ISO 659. Определить содержание масла чистых семян методом, установленным в ISO 659 с тем, чтобы рассчитать содержание немасличных мелких частиц.

8.2.3 Разделение масличных и немасличных примесей

8.2.3.1 Копра (высушенное ядро кокосового ореха) и семена средние и крупносеменные, за исключением семян подсолнечника и соевых бобов

Остаток материала на сите (см. 5.1), немасличные примеси (см. 3.3), шелуху, приставшую к семенам (как в случае с пальмоядровым маслом) от масличных примесей (см. 3.4), необходимо разделить при помощи щипцов или другого инструмента (см. 5.2).

Необходимо взвесить вместе немасличные и масличные примеси и мелкие частицы, с точностью до 0,01 г, за исключением случая с соей клубневой.

По требованию каждую категорию примеси взвешивают отдельно, с точностью до 0,01 г.

В протоколе испытаний необходимо записать информацию о происхождении масличных примесей.

8.2.3.2 Семена подсолнечника и соевых бобов

Остаток пробы на сите (см. 5.1), примеси, размеры которых четко отличаются от исследованных семян подсолнечника или соевых бобов (большие примеси), необходимо отделить при помощи щипцов или другого инструмента (см. 5.2). Разделить эти примеси на две категории (масличные и немасличные) и взвесить каждую из них с точностью до 0,01 г.

При использовании аликвотной части (по меньшей мере, 100 г, взвешенной с точностью до 0,1 г) частично сортированных семян подсолнечника или соевых бобов делят, при ручной сортировке, на масличные примеси и немасличные примеси (малые примеси).

8.2.3.3 Мелкие семена

Необходимо перенести остаток пробы с сита (см. 5.1) на другое сито так, чтобы задержать примеси, которые по своему размеру крупнее, чем семена, или разделить эти примеси при помощи щипцов или других соответствующих приборов (см. 5.2). Для удаления больших примесей необходимо использовать сита с размером сетки 3,15 мм.

По требованию сортируют эту фракцию на немасличные примеси (см. 3.3) и масличные примеси (см. 3.4).

Мелкие частицы (см. 8.2.2) и примеси (немасличные и масличные) размером крупнее семян, а также частично сортированные семена необходимо взвесить отдельно, с точностью до 0,01 г.

Отобранную пробу семян массой 10 г, взвешенную с точностью до 0,01 г, делят на немасличную примесь и постороннюю масличную примесь. Необходимо взвесить эти две части примесей, вместе или по требованию, раздельно, с точностью до 0,005 г.

Примечание — Специальные методы определения содержания семян горчицы дикой полевой (Sinapis arvensis) в семенах рапса (Brassica napus) и репы масличной были опубликованы в [2], [3].

8.2.4 Группирование посторонних масличных культур

Посторонние масличные культуры следует группировать и взвешивать в соответствии с видами (классами), чтобы записать в протоколе испытаний массовую долю, в процентах, каждого вида.

9 Выражение результатов

9.1 Метод вычисления

9.1.1 Необходимо выразить результаты в качестве массовой доли, в процентах общих примесей. Процент каждой категории необходимо указать.

9.1.2 Когда определение содержания примесей выполнено по всей рабочей пробе (см. 8.2.3.1), вычисление необходимо выполнять следующим образом:

а) общие примеси, I_t, массовая доля в процентах

$$I_t = \frac{m_4}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (1)$$

или

$$I_t = P + I_n + I_0, \qquad (1) = (2) + (3) + (4)$$

b) мелкие частицы, P, массовая доля в процентах

$$P = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (2)$$

c) немасличные примеси, I_n, масовая доля в процентах

$$I_n = \frac{m_2}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (3)$$

d) масличные примеси, I_0, массовая доля в процентах

$$I_0 = \frac{m_3}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (4)$$

где m_0 — масса рабочей пробы, г;

m_1, m_2, m_3 — соответствующие массы в каждой категории примесей, г;

m_4 — масса всех примесей, в том числе мелких частиц, г.

9.1.3 При разделении части примесей от целой рабочей пробы и другой от аликвотной части остатка (см. 8.2.3.2 и 8.2.3.3) расчет должен быть следующим:

а) общие примеси, I_t, массовая доля в процентах

$$I_t = \left[\frac{m_4}{m_0} + \frac{(m_0 - m_4) m_5}{m_0 \cdot m_b} \right] \cdot 100\ \%, \qquad (5)$$

или

$$I_t = P + I_n + I_0 \qquad (5) = (6) + (7) + (8)$$

б) мелкие частицы, P, массовая доля в процентах

$$P = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100\ \%, \qquad (6)$$

в) немасличные примеси, I_n, массовая доля в процентах

$$I_n = \left[m_{2a} + \left(m_{2b} \cdot \frac{m_a}{m_b} \right) \right] \cdot \frac{100\ \%}{m_0}, \qquad (7)$$

г) масличные примеси, I_0, массовая доля в процентах

$$I_0 = \left[m_{3a} + \left(m_{3b} \cdot \frac{m_a}{m_b} \right) \right] \cdot \frac{100\ \%}{m_0}, \qquad (8)$$

где m_0 — масса исходной (первоначальной) рабочей пробы, г;

m_1 — масса мелких частиц, г;

m_{2a} — масса доли немасличных примесей, размером крупнее семян основных примесей и разделенная от всей рабочей пробы, г;

m_{2b} — масса доли малых немасличных примесей, разделенных от аликвотной доли остатка, полученного после устранения из рабочей пробы мелких частиц и примесей крупнее семян основных видов, г;

m_{3a} — масса доли масличных примесей крупнее семян основных примесей и разделенная от всей рабочей пробы, г;

m_{3b} — масса доли малых масличных примесей, разделенных от аликвотной доли остатка, полученного после устранения из рабочей части мелких частиц и примесей крупнее семян основных видов, г;

m_a — масса остатка, полученного после устранения из исходной рабочей пробы, мелких частиц и примесей крупнее семян основных видов, г: $m_a = m_0 - m_1 - m_{2a} - m_{3a}$,

m_b — масса аликвотной части остатка массы m_a перед отделением малых примесей, г;

m_4 — масса мелких частиц доли примесей крупнее семян основных видов и разделенных от всей пробы для испытаний, г;

m_5 — масса мелких частиц доли примесей, разделенной от аликвотной части остатка, полученного после устранения из пробы для испытаний мелких частиц и примесей крупнее семян основных видов, г.

9.1.4 В случае сои клубневой расчет должен быть следующим:

a) общие примеси, I_t, выраженные как массовая доля в процентах

$$I_t = \left[\frac{m_1}{m_0}\left(1-\frac{H_2}{H_1}\right)+\frac{m_4}{m_0}\right]\cdot 100\ \%, \qquad (9)$$

или

$$I_t = P_s + I_n + I_0, \qquad (9) = (11) + (12) + (13)$$

b) общая сумма мелких частиц, P, массовая доля в процентах

$$P = \frac{m_1}{m_0}\cdot 100\ \%, \qquad (10)$$

c) посторонние мелкие частицы, P_s, массовая доля в процентах

$$P_s = \frac{m_1}{m_0}\cdot\left(1-\frac{H_2}{H_1}\right)\cdot 100\ \%, \qquad (11)$$

d) немасличные примеси, I_n, массовая доля в процентах

$$I_n = \frac{m_2}{m_0}\cdot 100\ \%, \qquad (12)$$

e) масличные примеси, I_0, массовая доля в процентах

$$I_0 = \frac{m_3}{m_0}\cdot 100\ \%, \qquad (13)$$

где m_0 — масса рабочей пробы, г;

m_1 — масса мелких частиц, г;

m_2 и m_3 — соответствующие массы немасличных примесей и масличных примесей, г;

m_4 — масса примесей, за исключением мелких частиц, г;

H_1 — содержание масла, массовая доля в процентах, чистых семян;

H_2 — содержание масла, массовая доля в процентах, мелких частиц.

9.1.5 За результат принимают среднеарифметическое двух определений, удовлетворяющих условиям повторяемости.

9.1.6 Результаты необходимо округлять до сотых долей для массовой доли примесей, не превышающей 0,5 %, и до десятых долей — для содержания примесей выше этого предела.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные из межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными при помощи одинакового метода на идентичном испытательном материале в одной лаборатории одним оператором при использовании одного оборудования за короткий период времени, будет превышать значения, приведенные в таблице 2, не более чем на 5 %.

Если разница превышает предел, указанный в таблице 2, получают две другие рабочие пробы. Анализируют одну пробу так же, как и ранее, а вторая хранится для четвертого определения, по необходимости. В этом случае за результат принимают среднеарифметическое результата, полученного из третьего анализа и ближайшего результата, полученного из предыдущих анализов, при условии, что разница не превышает допустимого предела.

При неудачном результате испытания анализируют четвертую рабочую часть и за результат принимают среднее четырех определений.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными при использовании одного метода на идентичном испытательном материале в различных лабораториях различными операторами при использовании различного оборудования, будет превышать значения, приведенные в таблице 2, не более чем на 5 %.

Таблица 2 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Массовая доля в процентах

Содержание примесей	Предел повторяемости, *r*	Предел воспроизводимости, *R*
Вплоть до 0,5 включительно	0,2	0,4
Свыше 0,5 до 1,0 включительно	0,4	0,8
Свыше 1,0 до 2,0 включительно	0,6	1,8
Свыше 2,0 до 3,0 включительно	0,8	2,4
Свыше 3,0 до 4,0 включительно	1,0	3,0
Свыше 4,0 до 5,0 включительно	1,2	3,6
Свыше 5,0 до 6,0 включительно	1,4	4,2
Свыше 6,0	1,6	4,8

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен устанавливать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, со ссылкой на настоящий стандарт;
- все оперативные детали, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся дополнительными, вместе с деталями любых случаев, которые повлияли на результаты испытаний;
- результаты испытаний, полученные (общие примеси и, по требованию, категории примесей); если продукт содержит посторонние масличные семена и, если оговорено в контракте, указывают не только их общую долю массы, но также и их происхождение; если потребуется, массовая доля каждого вида посторонних немасличных культур может также быть указана;
- если определяли повторяемость (схождение), последний полученный приведенный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное совместное испытание, включающее 13 лабораторий из 6 стран, было выполнено на 5 пробах:

- семенах сои клубневой;
- семенах льна;
- семенах рапса;
- соевых бобах;
- семенах подсолнечника.

Испытание было организовано Ассоциацией исследователей пищевых продуктов г. Лезерхед в 1998 г. и полученные результаты подвергались статистическому анализу в соответствии с [4] и [5] для получения прецизионных данных, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Прецизионные данные

	Семена сои клубневой	Семена льна	Семена рапса	Соевые бобы	Семена подсолнечника
Количество лабораторий после устранения выбросов	8	13	13	12	12
Количество принятых результатов	8	13	13	12	12
Среднее значение, % (массовая доля)	0,00	3,72	1,31	0,77	1,10
Стандартное отклонение повторяемости (s_r)	0,004	0,203	0,077	0,065	0,112
Предел повторяемости (r)	0,01	0,57	0,21	0,18	0,31
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R)	0,005	0,923	0,687	0,174	0,348
Предел воспроизводимости (R)	0,014	2,58	1,92	0,49	0,97

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 659	—	*
ISO 664	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов Российской Федерации.		

Библиография

[1] ISO 542:1990 Oilseeds. Sampling (Семена масличных культур. Отбор проб)

[2] Determination of the content of Sinapis arvensis (wild mustard) seeds in rape seeds. Official Journal of the European Communities, No. L 300-20.11.1975 (Определение содержания семян Sinapsis arvensis (горчицы полевой) в семенах рапса)

[3] ANDREW M., HAMILTON R.J. and ROSSEL J.B. The chemical differentiation between Sinapis arvensis and Brassica napus seeds by surface wax analysis. Fat Science Technology, 89, 1987, pp. 7—15 (Эндрю М., Хамилтон Р.Дж. и Россел Дж. Б. Определение химического различия между семенами Sinapsis arvensis (горчицы полевой) и Brassica napus при помощи воскового анализа поверхности. Технология науки о жирах, 89, 1987, стр. 7—15)

[4] 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)

[5] 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: сельскохозяйственные продукты, пищевые продукты, семена, масличные культуры, примеси, немасличные примеси, масличные примеси

Редактор *А.Э. Попова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 29.08.2016. Подписано в печать 07.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 55 экз. Зак. 2113.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru