ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53153— 2008 (ИСО 734-1:2006)

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение содержания сырого жира

Часть 1

Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)

ISO 734-1:2006
Oilseed meals — Determination of oil content — Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum) (MOD)

Издание официальное

БЗ 8—2008/213

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. №184–ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 591-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 734-1:2006 «Шроты. Определение содержания масла. Часть 1. Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)» (ISO 734-1:2006 «Oilseed meals — Determination of oil content — Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum).

При этом в нем уточнены отдельные слова, фразы, абзацы, показатели и значения показателей, включенные в текст стандарта, которые для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок, приведены в дополнительном приложении Б

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2009

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 Реактивы 2
6 *Лабораторное оборудование* 2
7 Отбор проб 2
8 Приготовление пробы для испытания 2
9 *Проведение испытания* 3
10 *Обработка* результатов 4
11 Прецизионность 4
12 Протокол испытания 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания 6
Приложение Б (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок 7
Библиография 8

ОКС 65.120

Поправка к ГОСТ Р 53153—2008 (ИСО 734-1:2006) Жмыхи и шроты. Определение содержания сырого жира. Часть 1. Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
1 Область применения	импортно-экспертных поставках	импортно-экспортных поставках

(ИУС № 3 2017 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение содержания сырого жира

Часть 1

Метод экстрагирования гексаном (или петролейным эфиром)

Oilseed meals. Determination of oil content.
Part 1. Extraction method with hexane (or light petroleum)

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения гексанового экстракта (или экстракта в петролейном эфире), называемого «содержание сырого жира», в жмыхах и шротах, полученных экстракцией жира под давлением или растворителями из масличных семян. Метод применяют при импортно-экспертных поставках.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.1—68 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения влаги и летучих веществ

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание *сырого жира*:** Все вещества, экстрагированные в рабочих условиях, *установленных в настоящем стандарте*, и выраженные в виде массовой доли, в процентах, продукта в состоянии поставки.

Примечание — Содержание сырого жира также может быть выражено относительно сухого вещества.

Издание официальное

4 *Сущность* метода

Сущность метода заключается в экстракции сырого жира из анализируемой пробы продукта с помощью технического гексана или петролейного эфира в аппарате Сокслета с последующим удалением растворителя путем высушивания и взвешиванием полученного остатка.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если не оговорено иначе.

5.1 Технический гексан, н-гексан или петролейный эфир, содержащий, в основном, углеводороды с шестью атомами углерода.

Менее 5 % растворителя должно перегоняться при температуре ниже 50 °С и более 95 % — при температуре от 50 °С до 70 °С.

Для любого из этих растворителей остаток при полном выпаривании не должен превышать 2 мг на 100 мл.

6 *Лабораторное оборудование*

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности, следующее.

6.1 Весы *аналитические с погрешностью ± 0,001 г.*

6.2 Измельчитель механический, способный легко очищаться и обеспечивающий измельчение шрота (жмыха) без нагрева и заметного изменения содержания влаги, летучих веществ и жира для получения частиц, которые полностью проходят через сито с размером отверстий 1 мм.

6.3 Микроизмельчитель механический, способный обеспечить степень измельчения шрота (*жмыха*) менее 0,16 мм, за исключением «шелухи», частицы которой могут достигать 0,40 мм.

В тех лабораториях, где отсутствует микроизмельчитель, микроизмельчение измельченной пробы (см. 9.4.3) может быть заменено растиранием в порошок с помощью пестика и ступки в присутствии приблизительно 10 г песка, который был промыт соляной кислотой и затем прокален. Однако растирание в ступке не может применяться в случае многократных анализов, потому что усталость оператора мешает эффективному измельчению многочисленных проб, а экстрагирование сырого жира из крупноизмельченной пробы никогда не может быть полным.

6.4 Экстракционный патрон.

6.5 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

6.6 Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ по ГОСТ 12026.

6.7 Аппарат Сокслета вместимостью от 200 до 250 *см*^{3} и колбы к нему вместимостью 500 *см*^{3}.

6.8 Баня электрическая нагревательная (например, песчаная или водяная) или нагревательная плитка.

6.9 Шкаф электрический сушильный с термостатическим регулированием, обеспечивающий вентиляцию или получение пониженного давления и поддержание температуры в интервале от 0 до 110 °С при отклонении температуры от номинального значения ± 2 °С *во всем рабочем пространстве.*

6.10 Эксикатор *по ГОСТ 25336.*

6.11 Пемза, предварительно высушенная в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С и охлажденная в эксикаторе.

6.12 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Ее не следует подвергать порче или изменению во время транспортирования или хранения.

Отбор проб приводится в *ГОСТ 13979.0.*

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Готовят пробу для испытания в соответствии с *ГОСТ Р 51419.*

8.2 При необходимости измельчают пробу для испытания в хорошо очищенном механическом измельчителе (*см.* 6.3). Сначала используют приблизительно одну двадцатую часть пробы для *обмасливания* измельчителя и отбрасывают этот продукт помола. Затем измельчают оставшуюся часть, собирают полученный продукт помола, тщательно перемешивают и без задержки выполняют анализ.

9 *Проведение испытания*

9.1 Количество определений

Если необходимо проверить, выполняется ли требование к повторяемости (*см.* 11.2), выполняют два единичных определения в соответствии с требованиями, указанными в 9.2—9.4.4.

9.2 Проба для анализа

9.2.1 Пробу массой около 10 г, подготовленную по 8.2, взвешивают с погрешностью не более ± 0,001 г.

9.2.2 Пробу для анализа помещают в экстракционный патрон (*см. 6.4*), сверху кладут кусочек обезжиренной ваты, закрывают последний тампоном из хлопковой ваты (*см. 6.5*). Если используют фильтровальную бумагу, в нее заворачивают пробу для анализа.

9.3 Предварительная сушка

Если массовая доля влаги и летучих веществ в пробе для анализа составляет более 10 %, то заполненный экстракционный патрон помещают в сушильный шкаф, отрегулированный на температуру не выше 80 °С, для снижения массовой доли влаги и летучих веществ менее 10 %.

Как альтернативу процедуре предварительной сушки, описанной выше, можно смешать в соответствующем сосуде пробу для анализа (*см.* 9.2.1) с сульфатом натрия из расчета 2 — 3 г безводного сульфата натрия аналитического качества с пятью граммами *измельченного* продукта. Продолжают процедуру, как указано в 9.2.2 и 9.4.

9.4 Определение

9.4.1 Подготовка колбы

Колбу экстракционного аппарата (*аппарат Сокслета)* (*см. 6.7*), содержащую одну или две частицы пемзы (*см.* 6.11), взвешивают с погрешностью ± 0,001 г.

9.4.2 Первая экстракция

Помещают патрон (*см.* 6.4) с пробой для анализа в экстракционный аппарат (*см.* 6.7). Наливают в колбу необходимое количество растворителя (*см.* 5.1). Устанавливают колбу с экстрактором на электрическую нагревательную баню или нагревательную плитку (*см.* 6.8). Проводят нагревание таким образом, чтобы скорость обратного стока составляла, по меньшей мере, три капли в секунду (умеренное кипение, неинтенсивное).

После экстрагирования в течение 4 ч оставляют аппарат для охлаждения. Вынимают патрон из экстракционного аппарата и обдувают его потоком воздуха, чтобы удалить большую часть оставшегося растворителя.

9.4.3 Вторая экстракция

Содержимое экстракционного патрона (*см.* 6.4) переносят в микроизмельчитель и дополнительно проводят измельчение. Тонкоизмельченную пробу помещают обратно в патрон и проводят дополнительную экстракцию в экстракционном аппарате. Повторно экстрагируют в течение 2 ч, используя ту же самую колбу с первым экстрактом.

Раствор, полученный в экстракционной колбе, должен быть прозрачным. Если нет, фильтруют его через бумажный фильтр, собирая фильтрат в другую предварительно высушенную и взвешенную колбу, затем несколько раз промывают первую колбу и фильтр тем же растворителем.

9.4.4 Удаление растворителя и взвешивание экстракта

Удаляют большую часть растворителя из колбы путем отгонки на электрической нагревательной бане или нагревательной плитке (*см.* 6.5). Удаляют последние следы растворителя при нагревании колбы в течение приблизительно 20 мин в электрическом сушильном шкафу (*см.* 6.6), отрегулированном на температуру 103 °С.

В случае шротов с большим содержанием летучих кислот (молотая копра, кокосовый шрот и т.д.) следует проводить сушку экстракта при атмосферном давлении и максимальной температуре 80 °С.

Продувка колбы воздухом или предпочтительно инертным газом (таким как азот или диоксид углерода) в течение коротких периодов времени или уменьшение давления в колбе содействуют удалению растворителя.

В случае сушки или предварительной сушки шротов предпочтительно удалять оставшийся растворитель сушкой при пониженном давлении.

Оставляют колбу для охлаждения в эксикаторе (*см.* 6.10) в течение 1 ч при температуре окружающей среды и затем взвешивают с погрешностью не более ± 0,001 г.

Снова нагревают колбу в течение 10 мин в тех же условиях. Оставляют для охлаждения и повторно взвешивают.

Расхождение между двумя взвешиваниями не должно превышать 0,01 г. Если это не так, повторяют операции нагревания в течение 10 мин, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,01 г. Записывают окончательную массу колбы.

10 *Обработка* результатов

10.1 Содержание масла *w*, выраженное в виде массовой доли, в процентах, продукта в состоянии поставки, вычисляют по формуле

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

где m_0 — масса пробы для анализа, г (*см.* 9.2.1);

m_1 — масса экстракта после сушки, г (*см.* 9.4.4).

Выражают результат с погрешностью до первого десятичного знака.

10.2 Содержание масла может быть выражено в виде массовой доли, в процентах, сухого вещества, w_D, вычисляемой по формуле

$$w_D = w\frac{100}{100 - w_M}, \quad (2)$$

где *w* — массовая доля масла в продукте в состоянии поставки, %, рассчитанная согласно (1);

w_M — массовая доля влаги и летучих веществ, %, определенная согласно *ГОСТ 13979.1*.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в приложении А. Значения, полученные на основании этого межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение предела повторяемости *r*, приведенное в таблице 1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение предела воспроизводимости *R*, приведенное в таблице 1.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Проба	Среднее значение содержания масла, % (массовая доля)	*r*, % (массовая доля)	*R*, % (массовая доля)
Шрот из семян рапса	0—5	0,3	1,1
Шроты из сои и подсолнечника	0—5	0,2	0,7

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылкой на настоящий *стандарт;*
- все подробности, не указанные в *настоящем стандарте* или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный(е) результат(ы) и используемый растворитель с четким указанием того, представляет ли результат содержание масла в продукте в состоянии поставки или в пересчете на сухое вещество;
- в случае проверки повторяемости конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное совместное испытание было организовано в 1994 г. Институтом химии и физики жиров (BAGKF, Германия) и включало 13 лабораторий, причем каждая лаборатория выполняла параллельный анализ каждой пробы.

Испытание проводилось на трех пробах:

- шрот из семян рапса;
- шрот из сои;
- шрот из подсолнечника.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с *[1]* и *[2]*, в результате чего были получены данные по прецизионности, приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

Параметр	Шрот из семян рапса	Шрот из сои	Шрот из подсолнечника
Количество участвующих лабораторий	13	13	13
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	13
Количество результатов испытания во всех лабораториях	24	24	26
Среднее значение содержания масла, % (массовая доля)	3,84	1,30	3,04
Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r	0,09	0,06	0,05
Коэффициент вариации повторяемости, %	2,4	4,6	1,7
Предел повторяемости r (= 2,8 s_r)	0,26	0,17	0,15
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R	0,38	0,20	0,24
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	10,0	15,1	7,8
Предел воспроизводимости R (= 2,8 s_R)	1,07	0,55	0,66

Приложение Б
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок

Таблица Б.1

Обозначение ссылочного национального стандарта Российской Федерации	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта и условное обозначение степени его соответствия ссылочному национальному стандарту
ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98)	ИСО 6498—98 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб» (IDT)
ГОСТ 450—77	—
ГОСТ 5556—81	—
ГОСТ 12026—76	—
ГОСТ 13979.0—86	—
ГОСТ 13979.1—68	—
ГОСТ 25336—82	—
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.	

Библиография

[1] ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

[2] ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9709

Ключевые слова: жмыхи, шроты, метод анализа, аппарат Сокслета, сырой жир, гексан, петролейный эфир

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 10.04.2009. Подписано в печать 10.06.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 233 экз. Зак. 367.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru