МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАСЛИЧНОСТИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 633.1.001.4 : 006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ

Методы определения масличности

Oil seeds.
Methods for determination of oil content

ГОСТ 10857—64
Взамен ГОСТ 3040—55 в части определения содержания сырого жира в масличных семенах (п. 76)

МКС 67.200.20
ОКСТУ 9709

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 22 апреля 1964 г.
Дата введения установлена 01.07.64

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

1. Настоящий стандарт распространяется на семена масличных культур, используемые в качестве сырья для маслодобывающей промышленности.

Под масличностью семян понимают содержание в них сырого жира и сопровождающих его жироподобных веществ, переходящих вместе с жиром в эфирную вытяжку из исследуемых семян.

2. Отбор проб семян и выделение навесок для анализа производят по ГОСТ 10852—86.

3. Для определения масличности семян применяются следующие аппаратура, реактивы и материалы.

Аппарат Сокслета.

Рефрактометр жировой РЖ.

Сушильный шкаф.

Мельница лабораторная.

Ступки фарфоровые диаметром 10 см.

Аналитические весы.

Водяная баня.

Чашки фарфоровые.

Стаканы химические по ГОСТ 25336—82 номинальной вместимостью 50—100 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 10 см.

Пинцеты.

Шпатели.

Часовые стекла диаметром 8 см.

Бюретки по ГОСТ 29251—91 номинальной вместимостью 25 $см^3$.

Эфир этиловый, предварительно высушенный и перегнанный при температуре 34,5—36 °С.

Бромнафталин или хлорнафталин.

Вата гигроскопическая по ГОСТ 5556—81, проэкстрагированная этиловым эфиром.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76, проэкстрагированная этиловым эфиром.

Морской или речной песок, обработанный соляной кислотой, прокаленный и просеянный (для работы применяют фракцию, остающуюся на сите с отверстиями 0,5 мм и проходящую через сито с отверстиями 1 мм).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (июнь 2010 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 11—86).

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Экстракционный метод

4. Определение содержания сырого жира проводят путем извлечения его из семян соответствующим растворителем в аппарате Сокслета.

5. Определение содержания сырого жира в семенах подсолнечника, сои и мелкосемянных культур (лен, конопля, горчица, рыжик, сурепица, рапс и др.)

На делителе или способом диагонального деления выделяют около 50 г семян подсолнечника и сои и просеивают их через сито, принятое для определения засоренности. Из семян, оставшихся на сите, выбирают неорганические и органические сорные примеси. Масличную примесь оставляют в пробе.

Для определения содержания сырого жира в семенах льна, конопли, горчицы, рыжика, рапса, сурепицы и других мелкосемянных культур выделяют около 40 г семян, взвешивают их с точностью до 0,01 г и просеивают через два сита с диаметрами отверстий верхнего и нижнего сит (соответственно) для семян: конопли — 3 и 1 мм; рапса, сурепицы и периллы — 3 и 1 мм; горчицы — 2 и 1 мм; рыжика — 3 и 0,5 мм. Сход с верхнего сита и проход через нижнее сито объединяют и взвешивают. Массу выделенную таким образом сорной примеси выражают в процентах от навески семян и используют для пересчета масличности чистых семян на засоренные. Масличную примесь и сор, не прошедший через нижнее сито, оставляют в пробе семян, идущих сходом с нижнего сита. Освобожденные указанным образом от сорных примесей семена переносят в фарфоровую чашку и подсушивают при температуре 100—105 °С: семена подсолнечника — 1 ч, семена сои — 2 ч, семена мелкосемянных культур — 1 ч.

Примечание. Семена подсолнечника с влажностью выше 15 % подсушивают 2 ч. Соевые семена с содержанием влаги выше 14 % предварительно подсушивают до воздушно-сухого состояния. Для этого их рассыпают тонким слоем и выдерживают около 12 ч при комнатной температуре.

Семена тщательно измельчают в механических измельчительных устройствах или в медной ступке.

Семена подсолнечника измельчают до такой степени, пока ядро не превратится в муку, а лузга не примет вид частиц длиной не более $^1/_4$ длины семени; соевые семена измельчают до прохода частиц через сито с ячейками размером 0,25 мм.

Семена остальных культур измельчают до однородного состояния. Ступка или измельчитель перед работой должны быть предварительно промаслены. Для этого измельчают небольшое количество семян, взятых из того же образца. Промасливание ступки частью навески, выделенной для определения масличности, не допускается. Измельченные семена тщательно перемешивают шпателем и из перемешанной массы берут в экстракционный патрон на аналитических весах навеску 8—10 г.

Сверху патрона кладут небольшой слой ваты, затем края патрона завертывают и помещают его в экстрактор. К экстрактору присоединяют чистую колбу, предварительно высушенную в течение 1 ч при 100—105 °С и взвешенную после охлаждения. Наливают в экстрактор этиловый эфир, соединяют с холодильником и приступают к экстрагированию.

Продолжительность экстракции семян подсолнечника 22—24 ч, сои — 18—20 ч и мелкосемянных культур — 20—22 ч.

Конец экстракции устанавливают по отсутствию жира при пробе на полноту экстракции. Для этого, отсоединив от колбы экстрактор, наносят одну каплю раствора на часовое стекло. После испарения эфира на стекле не должно оставаться жирного пятна.

По окончании экстракции отгоняют эфир и сушат масло в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание производят через 1—1,5 ч, последующие — через 30 мин. В случае повторяющегося дважды увеличения массы высушивание прекращают и для расчета принимают наименьшую массу.

Одновременно в навеске подсушенных и измельченных семян определяют влажность методом высушивания до постоянной массы при температуре 100—105 °С. Первое взвешивание производят через 1 ч, последующие — через 30 мин.

Содержание жира в освобожденных от сора и подсушенных семенах в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса колбы с маслом в г;

m_1 — масса пустой колбы в г;

m_2 — навеска подсушенных семян в г.

Далее полученный результат пересчитывают на сухое вещество в процентах (X_1) по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где W — влажность подсушенных и измельченных семян, определяемая одновременно с масличностью семян, в %.

За результат принимают среднеарифметическое из двух параллельных определений. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5 %. Для соевых семян расхождение не должно превышать 0,3 %.

При контрольных и арбитражных определениях допустимы отклонения не более 1 %, а для соевых семян 0,6 %.

6. Определение содержания сырого жира в семенах арахиса, клещевины и кунжута

На делителе или способом диагонального деления выделяют около 100—150 г семян арахиса и клещевины и просеивают через сито, принятое для определения засоренности. Из семян, оставшихся на сите, выбирают минеральные и органические примеси.

Семян кунжута выделяют около 40 г, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и просеивают через два стандартных сита с диаметром верхнего отверстия 3 мм и нижнего 1 мм. Масличную примесь и сор, не прошедшие через нижнее сито, оставляют в пробе семян, идущих сходом с нижнего сита.

Освобожденные указанным образом от сорных примесей семена помещают в фарфоровую чашку и подсушивают в течение 1 ч при температуре 100—105 °С. Подсушенные семена измельчают в фарфоровой или медной ступке или в механическом измельчителе. Ступка перед работой должна быть промаслена, как указано в п. 4.

От измельченных и перемешанных семян берут на аналитических весах навеску 8—10 г в экстракционный патрон, который помещают в экстрактор аппарата и экстрагируют этиловым эфиром в течение 18 ч.

По истечении указанного времени патрон вынимают из экстрактора, слегка подсушивают на крышке термостата, затем осторожно раскрывают и шрот количественно переносят в небольшую фарфоровую ступку. К шроту прибавляют около 5 г предварительно просеянного через одномиллиметровое сито обработанного соляной кислотой и прокаленного морского (или речного) песка. Шрот тщательно растирают с песком и количественно переносят в тот же патрон. Патрон помещают в экстрактор экстракционного аппарата, в котором велась предварительная экстракция, затем экстракцию продолжают еще 6 ч. После этого определяют полноту извлечения жира и в случае необходимости продолжают экстракцию еще 1—2 ч. Далее ход определения такой же, как предусмотрено в п. 4.

Одновременно с определением масличности определяют влажность измельченных семян методом высушивания до постоянной массы при температуре 100—105 °С. Масличность вычисляют по формулам, указанным в п. 4.

За окончательный результат принимают среднее из двух параллельных определений. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5 %.

При контрольных и арбитражных определениях отклонения не должны превышать 1 %.

5, 6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Рефрактометрический метод

(применяют для ускоренного определения масличности подсолнечных семян)

7. Определение содержания жира проводят путем извлечения его из семян нелетучим растворителем, показатель преломления которого резко отличается от показателя преломления жира, с последующим определением концентрации жира в растворе по показателю преломления.

Из средней пробы подсолнечных семян выделяют на делителе или способом диагонального деления 50—60 г семян. Освобождают их от сора (свободное ядро обрушенных подсолнечных семян оставляют в навеске) и подсушивают при температуре 130 °С примерно 30—40 мин до влажности не более 4 %. Затем семена измельчают на лабораторной мельнице, которая должна быть предварительно промаслена, как указано в п. 4. Измельченные семена тщательно перемешивают шпателем и из перемешанной пробы берут навески для анализа на масличность и влажность.

Влажность определяют ускоренным методом, высушивая 2 г измельченных семян при температуре 130 °С в течение 20 мин.

Для определения масличности берут на технических весах навеску измельченных семян 5 г. Навеску переносят в фарфоровую ступку (диаметр 10—11 см). Туда же присыпают 2—3 г мелкозернистого песка (песок отмеривают по объему) и приливают из бюретки 5 $см^3$ бромнафталина или хлорнафталина. Смесь тщательно растирают 3 мин, а затем из той же бюретки приливают еще 15 $см^3$ растворителя и содержимое ступки размешивают 2—3 мин. Общий объем прилитого растворителя должен составлять точно 20 $см^3$. Раствор фильтруют через бумажный складчатый фильтр и определяют его показатель преломления (не дожидаясь конца фильтрования) при помощи рефрактометра РЖ.

Для определения показателя преломления поступают следующим образом. В соответствии с инструкцией, прилагаемой к рефрактометру, переводят барабан штуцера в положение *I* при применении хлорнафталина (при этом отсчеты показателя преломления производят также по шкале *I*), или в положение *II* при применении бромнафталина (в этом случае отсчеты производят по шкале *II*). Затем, раскрыв камеру рефрактометра, наносят оплавленной стеклянной палочкой на одну часть измерительной призмы 4—5 капель растворителя, а на другую часть 4—5 капель профильтрованного раствора, распределив их равномерно по всей длине призмы. Необходимо обращать внимание на то, чтобы капли были средних размеров. Если на части призмы нанести много исследуемой жидкости, может произойти смешивание двух компонентов. Это обнаруживается в поле зрения нерезкой и неравномерно окрашенной границей светотени. В таких случаях исследование необходимо повторить, уменьшив размер наносимых на поверхность призмы капель жидкости.

Далее плавно закрывают верхнюю часть камеры до соприкосновения ее с нижней камерой (удары не допускаются); лимб нониуса устанавливают на нуль, и, наблюдая в окуляр поле зрения, направляют луч осветителя на выходную грань осветительной призмы (на ее правую или левую часть).

В поле зрения будут появляться две границы светотени: нижняя, близкая к показателю преломления растворителя, и верхняя, близкая к показателю преломления раствора.

Необходимо установить осветитель таким образом, чтобы была видна одна граница светотени. Поворотом кольца монохроматора устраняют дисперсию, добиваясь обесцвечивания границы светотени. Передвижением осветителя и диафрагмы, находящихся впереди осветительного окна, улучшают резкость и видимость границы светотени. Затем производят отсчет по шкале *I* или *III* в зависимости от применяемого растворителя. Если граница светотени находится между двумя какими-либо делениями шкалы, то вращением лимба нониуса против часовой стрелки доводят границу светотени до ближайшего верхнего деления. Показатель преломления отсчитывают по шкале с точностью до 0,0002, а по нониусу отсчитывают пятый знак. Одно деление нониуса равно 0,00002 N_D. Затем, установив лимб нониуса снова на нуль, перемещают осветитель в горизонтальном направлении до получения резкой второй границы светотени и, устранив дисперсию, производят отсчет. Перед новым определением необходимо тщательно протереть измерительную и осветительную призмы сперва этиловым эфиром, затем сухой ватой.

Отсчет показателей преломления растворителя и раствора производят три раза и за окончательный результат берут среднее значение.

Вычисление содержания жира в процентах ($M_{вл.}$) производят по формуле

$$M_{вл.} = (\alpha + b\Delta_п)\cdot\Delta_п,$$

где $M_{вл.}$ — содержание жира при влажности измельченного материала в %;

$\Delta_п$ — разность между показателями преломления растворителя и раствора;

α — коэффициент, показывающий, какой процент жира приходится на 0,0001 $D_п$ при данном растворителе;

b — постоянная, имеющая следующие значения:

при работе с бромнафталином — 12380;

при работе с хлорнафталином — 16900.

Постоянная b учитывает отклонения раствора от правила смещения, а также влияние изменения суммарного объема раствора на величину α. Постоянная b найдена экспериментальным путем. Она представляет собой отношение приращения величины α к приращению величины $\Delta_п$.

Величину α находят на одном из маслозаводов или жирокомбинатов данной области или зоны, охватывающей ряд областей, в начале сезона и сообщают ее значение на хлебоприемные пункты. Например, значение α может быть найдено в начале сезона отдельно для Краснодарского края, Ростовской области, Молдавской ССР, отдельно для южных и северных областей Украины и т. п.

Установление величины α в начале сезона для данной области (зоны) следует делать потому, что показатель преломления самого жира колеблется в зависимости от географической широты и условий вегетации данного года.

Для определения коэффициента α берут пять проб подсолнечных семян разных сортов, характерных для данной области произрастания, выделяют пробы, как указано выше и берут навески на масличность по Сокслету и одновременно по рефрактометру (в этом случае нет необходимости определять влажность семян).

В дальнейшем ход анализа при определении коэффициента α такой же, как и при определении масличности по рефрактометру.

Величину α вычисляют по формуле

$$\alpha = \frac{X}{\Delta_п} - b\,\Delta_п,$$

где X — содержание жира, определяемое по Сокслету в %.

Значения $\Delta_п$ и b те же, что и в предыдущей формуле.

За окончательный результат принимают среднее значение α из пяти определений.

Для пересчета масличности на сухое вещество пользуются следующей формулой

$$M_{сух} = \frac{M_{вл.} \cdot 100}{100 - вл.},$$

где $M_{сух}$ — масличность семян в пересчете на сухое вещество в %;

$M_{вл.}$ — масличность измельченных семян при фактической влажности в %;

вл. — влажность измельченных семян в %.

8. При арбитражных и контрольных анализах семян на масличность обязательно применение экстракционного метода.

gost.e-ecolog.ru