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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 659—
2017**

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

Определение содержания масла (Контрольный метод)

(ISO 659:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 14 сентября 2017 г. № 1086-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 659—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 659:2009 «Масличные семена. Определение содержания масла (Контрольный метод)» [«Oilseeds — Determination of oil content (Reference method)», 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

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2019 г.

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 (www.gost.ru)

© ISO, 2009 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

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 Реактивы 2
6 Аппаратура 2
7 Отбор проб 3
8 Приготовление пробы для испытания 3
9 Проведение испытания 5
10 Выражение результатов 6
11 Сходимость результатов 8
12 Протокол испытания 8
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания масла 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 10
Библиография 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

Определение содержания масла (Контрольный метод)

Oilseeds. Determination of oil content (Reference method)

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения так называемого «содержания масла» — путем экстракции гексаном (или низкокипящим петролейным эфиром) из семян масличных культур, используемых в качестве промышленного сырья. Методика для семян подсолнечника отличается от методик для других семян тем, что в нее входит дополнительное определение влажности после размалывания семян для приготовления образца для испытания.

Метод проверен на семенах рапса, соевых бобах и семенах подсолнечника. Однако это не исключает его применимость по отношению к другим семенам, имеющим коммерческое значение. При необходимости чистые семена и примеси (см. 9.4) могут анализироваться раздельно. Для арахиса (см. 10.1.6) чистые семена, общие тонкие немаслянистые примеси и маслянистые примеси могут анализироваться раздельно.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные ссылки необходимы для применения настоящего стандарта. Для датированных ссылок следует применять только указанное издание. Для недатированных — последнее издание ссылочного стандарта.

ISO 658, Oilseeds. Determination of content of impurities (Семена масличных культур. Определение содержания примесей)

ISO 664, Oilseeds. Reduction of laboratory sample to test sample (Семена масличных культур. Разделение лабораторного образца на пробы для испытания)

ISO 665, Oilseeds; Determination of moisture and volatile matter content (Семена масличных культур. Определение содержания влаги и летучих веществ)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание веществ, экстрагируемых гексаном,** называемое «содержание масла» (hexane extract «oil content»): Содержание всех веществ, экстрагируемых в рабочих условиях, установленных в настоящем стандарте, выражаемое в процентах по массе продукта в полученном при поставке виде или в виде очищенных зерен.

Примечание — При необходимости оно может выражаться по отношению к сухому веществу.

Издание официальное

4 Сущность метода

Масло экстрагируется из пробы для испытания (навески) с применением подходящей аппаратуры техническим гексаном или легким петролейным эфиром. Растворитель удаляется из экстракта, который взвешивается. По причине разной природы семян существуют некоторые различия в методике для разных семян.

5 Реактивы

Технический гексан, *n*-гексан или петролейный низкокипящий эфир, состоящий в основном из углеводородов с шестью атомами углерода, из которых менее 5 % отгоняется при температуре ниже 40 °С и более 95 % отгоняется при температуре от 40 °С до 60 °С или от 50 °С до 70 °С и который имеет бромное число менее 1. Остаток после полного выпаривания не должен превышать 2 мг на 100 $см^3$.

6 Аппаратура

Используется обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая:

6.1 Аналитические весы с точностью ±0,001 г.

6.2 Механическая мельница, легко очищаемая и приспособленная для масличных семян, позволяющая размалывать семена до частиц одинакового размера без нагревания или существенного изменения содержания влаги, летучих веществ или масла.

Примечание — Указанные ниже мельницы обеспечивают удовлетворительные результаты:

- лабораторная мельница* фирмы Christy & Norris 8" с сетчатой тарелкой или решетчатым ситом в зависимости от типа семян (например, сетчатая тарелка с размером отверстий 0,8 мм, решетчатые сита размером отверстий 3 мм и 6 мм; см. 8.3.2, 8.3.3 и 8.3.4);
- ультрацентробежная мельница* фирмы Retsch ZM 200, снабженная решетчатым ситом размером отверстий 1 мм для семян подсолнечника и другими ситами в соответствии с видом семян. Другие мельницы также могут быть использованы при условии, что они отвечают указанным выше критериям.

6.3 Механический микроизмельчитель, способный измельчать масличные семена до частиц размером менее 160 мкм, за исключением шелухи, размер частиц которой может достигать 400 мкм. Кофемолки и механические измельчители подобного действия не должны использоваться в качестве микроизмельчителей.

Примечание — Считается пригодной шаровая мельница, состоящая из трубки из нержавеющей стали объемом около 120 $см^3$ и стальных шариков диаметром 1, 2 и 3 см (весом около 7, 30 и 130 г) в зависимости от размалываемого образца, имеющая чрезвычайно быстрое встряхивание. Если микроизмельчитель и его запоры предназначены для работы с растворителями, то небольшое количество растворителя (около 20 $см^3$) разрешается добавлять в цилиндр, чтобы повысить скорость экстракции.

6.4 Гильза для экстракции (целлюлоза) и хлопковая вата, не содержащие вещества, растворимого в гексане или петролейном низкокипящем эфире.

6.5 Подходящий аппарат для экстракции, снабженный колбой вместимостью от 200 до 250 $см^3$. Экстракторы прямоточного типа, например Butt, Smalley или Bolton Williams, предпочтительны по причинам безопасности и считаются обеспечивающими более эффективную экстракцию. Применение других экстракторов обусловливается результатами испытания эталонного материала с известным содержанием масла для подтверждения пригодности аппаратуры.

Если используется экстрактор сифонного типа Soxhlet, то по причинам безопасности следует использовать колбу вместимостью 250 $см^3$, а объем растворителя должен быть не менее 150 $см^3$. Это должно предотвратить быстрое вскипание при сифонировании, которое в противном случае может вызвать потерю растворителя и/или части испытуемой пробы.

6.6 Пемза в мелких частицах или другие антиударные гранулы, предварительно высушенные в сушильном шкафу при температуре (130 ± 2) °С и охлажденные в эксикаторе.

6.7 Аппаратура для безопасного удаления растворителя из экстракционной гильзы (например, в потоке инертного газа).

---

* Мельницы Christy & Norris 8" и Retsch ZM 200 — примеры подходящих изделий, имеющихся в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Этот процесс должен проводиться под вытяжным колпаком.

6.8 Баня с электрическим подогревом (песочная баня, водяная баня, нагревательный кожух и т. п.) или электрическая плитка.

6.9 Электрический сушильный шкаф с термостатическим контролем, способный удерживать температуру при (103 ± 2) °С. Сушильный шкаф должен быть приспособлен для работы как при атмосферном, так и при пониженном давлении (см. 9.3.3).

6.10 Эксикатор с эффективным обезвоживающим агентом (например, силикагелем с оранжевым индикатором, или P_2O_5).

6.11 Электрический сушильный шкаф, способный удерживать температуру при (130 ± 2) °С (для семян хлопка, см. 8.3.6).

6.12 Металлическая чашка с плоским дном диаметром 100 мм и высотой около 40 мм.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, описанного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 542.

Важно, чтобы проба, поступающая в лабораторию, была действительно представительной и не была повреждена или изменила свои свойства при транспортировании и хранении.

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Разделение лабораторного образца

Пробу для испытаний готовят в соответствии с ISO 664. Если перед разделением лабораторного образца из него были удалены немасличные посторонние включения большого размера, это учитывают при дальнейшем расчете (см. 10.1.5). В зависимости от требований контракта или инструкций, лабораторный образец отбирают либо в состоянии поставки, либо после удаления из него примесей.

8.2 Предварительное высушивание

8.2.1 Массовая доля содержания влаги в навеске пробы (см. 9.2) должна быть менее 10 % к моменту начала экстракции масла (см. 9.3).

Примечание — Несоблюдение данного требования может привести к недостоверным результатам и сделать анализ недействительным.

Для оценки содержания влаги в лабораторном образце используют быстрый метод отсеивания (см. 8.1). Если массовая доля влаги более 10 %, уменьшают ее, высушивая пробу для испытания (см. 8.1) в металлической чашке в сушильном шкафу, выдерживаемом при температуре не более 80 °С.

Частично высушенный материал хранят в герметическом сосуде. Содержание влаги в частично высушенной пробе и в исходной пробе определяют по методу, приведенному в ISO 665, и полученный результат учитывают при окончательном расчете (см. 10.1.8).

8.3 Проба для испытания

8.3.1 Предварительные замечания

Важно, чтобы экстракция масла проводилась в пределах размалывания (измельчения) 30 мин пробы, в особенности если нужно определить содержание свободных жирных кислот в экстрагированном масле. Следует уделять внимание тщательной очистке всех мельниц до и после измельчения каждого образца. Любой материал, прилипший к рабочей поверхности мельницы, следует объединять с основной порцией измельченного материала.

Примечание — В дальнейшем тексте понятия «семена» и «ядра» включают в себя как целые семена или ядра, так и их фрагменты после измельчения.

8.3.2 Ядра кокосового ореха

Скорлупой считается даже та часть примесей, которая соединена с ядрами. Скорлупу и грязь следует отделять количественно от ядер перед анализом. Скорлупа тверда и трудна в измельчении. При совместном измельчении ядер и примесей почти невозможно получить гомогенную пробу. Если требуется определить содержание масла всего образца в состоянии поставки, ядра и примеси (скорлупу и загрязнения) анализируют раздельно и рассчитывают содержания масла (см. 10.1.3).

Пробу для испытаний готовят, измельчая раздельно 600 г хорошо перемешанных ядер и всю скорлупу, и загрязнения, отделенные при количественном определении примесей в соответствии с методом, приведенном в ISO 658.

Установлены следующие пригодные методы измельчения:

- для чистых ядер: измельчение на механической мельнице (см. 6.2) с решетчатым ситом размером отверстий 6 мм;
- скорлупы и загрязнений: размалывание в течение 10 мин в микроизмельчителе (см. 6.3) с использованием стального шара диаметром 3 см.

8.3.3 Копра (и кокосовый орех)

Замораживают весь образец перед размалыванием в механической мельнице (см. 6.2). Механическая мельница с размером отверстия сита 6 мм считается удовлетворительной. Длина частиц должна быть около 2 мм, но не должна превосходить 5 мм. Осторожно перемешивают частицы и незамедлительно проводят определение. Следует принимать меры для предотвращения конденсации влаги на семенах в процессе измельчения и после него.

8.3.4 Семена крупного и среднего размера (орехов иллайпа-мадуки длиннолистой — орехов масляного дерева, арахиса, сои и т. п., кроме семян подсолнечника или хлопка). Пробу измельчают на механической мельнице (см. 6.2), пока главный размер частиц станет не более 2 мм. Отбрасывают первые частицы (около одной двенадцатой пробы), остаток собирают, аккуратно перемешивают и незамедлительно проводят определение.

Установлены следующие удовлетворительные методы измельчения:

- для сои: механическая мельница с сетчатой тарелкой размером отверстий 0,8 мм, решетчатым ситом размером отверстия 1 мм;
- арахиса: механическая мельница с решетчатым ситом размером отверстия 3 мм (для проб, содержащих массовую долю масла около 45 %, необходимо предпринять меры во избежание, по возможности, образования пастообразной массы);
- других семян: механическая мельница с решетчатым ситом размером отверстий 6 мм.

Размалывание высокомасличных семян зачастую можно облегчить, предварительно замораживая семена при температуре от минус 10 °С до минус 20 °С, однако при этом следует предпринять особые меры для предотвращения конденсации влаги на семенах в процессе и после измельчения.

8.3.5 Семена подсолнечника

Содержание влаги и летучих веществ семян подсолнечника (в состоянии поставки) определяют по целой семечке в соответствии с ISO 665, строго соблюдая периоды сушки, перечисленные в методе, установленном в ISO 665. Регистрируют результат определения влажности и содержания летучих веществ (U_1). Пробу размалывают в механической мельнице (см. 6.2). Во время измельчения подача семян подсолнечника в мельницу должна проводиться медленно во избежание образования пасты.

Считается пригодной механическая мельница с решетчатым ситом размером отверстия 1 мм. Если мельница с решетчатым ситом не применяется, просеивают через сито 2 мм и повторно измельчают материал, который не прошел через сито до тех пор, пока главный размер частиц станет не более чем 2 мм. Все просеянное собирают, осторожно перемешивают и неотлагательно определяют влажность и содержание летучих веществ в соответствии с ISO 665, строго соблюдая периоды сушки, изложенные в методе, установленном в ISO 665.

Регистрируют результат определения влажности и содержания летучих веществ, размолотых семян (U_2) и проводят экстракцию масла из размолотых семян, как установлено в разделе 9.

8.3.6 Хлопчатник

В предварительно взвешенную металлическую чашку (см. 6.12) отвешивают около 15 г пробы в состоянии поставки с точностью до 1 мг. Чашку с семенами помещают в сушильный шкаф (см. 6.11), предварительно нагретый до температуры 130 °С, и проводят высушивание в течение 2 ч при температуре (130 ± 2) °С. Затем чашку вынимают из сушильного шкафа и дают ей остыть на воздухе в течение около 30 мин. Навеску пробы полностью переносят в мельницу (см. 6.2) и проводят измельчение до раздробления семян и хлопкового пуха. Измельченный материал переносят в экстракционную гильзу (см. 6.4) и проводят дальнейшее определение.

8.3.7 Мелкие семена (семена льна, рапса и т. п.)

Из образца в состоянии поставки отбирают представительную порцию около 100 г и размалывают в механической мельнице (см. 6.2) так, чтобы не осталось целых семян. Проверяют, что весь измельченный материал, оставшийся в мельнице, включен в общую массу размолотого материала и все полностью перемешано. Следят за тем, чтобы не было потери влаги из измельченной пробы. Длитель-

ность и скорость (если они переменные) измельчения следует определять предварительно для каждой мельницы и вида семян. Измельчение не должно приводить к разделению «мякоти» и «шелухи» семян, проба не должна быть маслянистой, и не менее 95 % ее массовой доли должно проходить через сито размером ячейки 1 мм.

Если требуется определить содержание масла в семенах, не содержащих примесей, их удаляют по методу, описанному в ISO 658, и готовят не менее 30 г «чистых» семян (включая размолотые семена), поскольку затруднительно приготовить 100 г очень мелких семян, таких как семя сезама.

9 Проведение испытания

9.1 Общие положения

Проводят два отдельных определения в соответствии с 9.2 и 9.3 и проверяют удовлетворение требований, касающихся повторяемости (см. 11.2). Если они не выполнены, повторяют определение на двух дополнительных испытательных пробах, отобранных из свежеприготовленного образца для испытаний (см. 8.3). Если разности еще превышают значение, заявленное в 11.2, за результат берут среднеарифметическое значение четырех выполненных определений при условии, что максимальная разность между двумя индивидуальными результатами не превышает 1,50 % по абсолютному значению.

9.2 Проба для испытания

9.2.1 Отвешивают (10 ± 0,5) г размолотого испытательного образца с точностью до 1 мг (см. 8.3). В случае примесей см. в 9.4.

9.2.2 После 30 мин размалывания измельченную пробу переносят в гильзу для экстракции (см. 6.4) с помощью маленького тампона из хлопковой ваты (см. 6.4), который смочен растворителем (см. 5.1), чтобы перенести последние следы размолотого семени из контейнера для взвешивания в гильзу экстракции. Этим же тампоном затыкают гильзу.

9.3 Определение

9.3.1 Подготовка колбы

Колбу (см. 6.5), содержащую немного гранул пемзы (см. 6.6), предварительно высушенной в сушильном шкафу и охлажденной в эксикаторе, взвешивают с точностью до 1 мг.

9.3.2 Экстракция растворителем

9.3.2.1 Общие положения

Длительность каждой из трех экстракций (по 9.3.2.2—9.3.2.4) можно незначительно менять (например, в пределах ±10 мин). Ни в коем случае нельзя значительно увеличивать продолжительность экстракции (например, оставлять на ночь).

9.3.2.2 Первая экстракция

Гильзу (см. 6.4) с навеской пробы помещают в экстракционный аппарат (см. 6.5). В колбу наливают необходимое количество растворителя (см. 5.1). Колбу присоединяют к экстракционному аппарату и устанавливают на электрическую нагревательную баню или горячую плитку (см. 6.8). Нагрев проводят таким образом, чтобы скорость обратного потока растворителя была не менее трех капель в секунду (кипение умеренное, неинтенсивное). Экстрагирование проводят в течении 4 часов, после чего системе дают остыть. Гильзу вынимают из экстракционного аппарата и помещают ее в поток воздуха для удаления большей части оставшегося растворителя (см. 6.7).

9.3.2.3 Вторая экстракция

Содержимое гильзы переносят в цилиндр микроизмельчителя (см. 6.3) и проводят измельчение в течение 7 мин. Для большинства семян удовлетворительные результаты дают шесть стальных шаров диаметром 1 см в цилиндре вместимостью 150 $см^3$; для опушенных семян хлопчатника достаточно трех шаров диаметром 2 см. Смесь помещают обратно в гильзу с помощью небольшого куска хлопковой ваты для извлечения из измельчающего устройства всего остатка измельченных частиц семян. Его также добавляют в гильзу. Гильзу снова помещают в экстракционный аппарат и повторяют экстракцию еще в течение 2 ч, используя ту же колбу, содержащую первый экстракт. Растворителю дают стечь и охладиться, гильзу снова вынимают, удаляют большую часть растворителя, как описано выше (см. 9.3.2.2).

9.3.2.4 Третья экстракция

Повторяют измельчение, как указано выше. Смесь переносят обратно в гильзу, очищают измельчающий аппарат, как описано выше (см. 9.3.2.3), помещают гильзу обратно в экстракционный аппарат. Проводят экстракцию, как указано выше (см. 9.3.2.2) в течение 2 ч, используя ту же колбу.

9.3.3 Удаление растворителя и взвешивание экстракта

Большую часть растворителя удаляют из колбы путем отгонки на электрической нагревающей бане или горячей плитке. Удаление растворителя облегчают продуванием колбы воздухом или, что предпочтительнее, инертным газом (таким как азот или двуокись углерода) в течение коротких промежутков времени. Последние следы растворителя удаляют нагреванием колбы в течение от 30 до 60 мин в сушильном шкафу (см. 6.9) при температуре (103 ± 2) °С, при атмосферном давлении или при температуре 80 °С под вакуумом.

В случае семян масличных культур с высоким содержанием летучих кислот (копра, пальмовые косточки и т. п.) высушивание следует проводить при атмосферном давлении и температуре максимум 80 °С.

В случае быстровысыхающих или полубыстровысыхающих масел предпочтительно удалять остаток растворителя высушиванием при пониженном давлении.

В случае масел, не содержащих лауриновую кислоту, и при наличии вакуумного сушильного шкафа следы растворителя можно удалить нагреванием при температуре 80 °С под вакуумом.

Колбе дают охладиться в эксикаторе (см. 6.10) в течение не менее 1 ч до температуры окружающей среды и взвешивают ее с точностью до 1 мг. Повторно нагревают колбу в сушильном шкафу (см. 6.9) при температуре (103 ± 2) °С, при атмосферном давлении или при температуре 80 °С под вакуумом в течение от 20 мин до 30 мин, дают охладиться и снова взвешивают. Разница между двумя взвешиваниями не должна превышать 5 мг. Если это условие не соблюдается, операции нагревания, охлаждения и взвешивания повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не станет менее 5 мг. Регистрируют окончательную массу колбы. Если происходит заметное увеличение массы (более 5 мг), то может иметь место окисление быстровысыхающего масла и требуется проведение дополнительного анализа с мерами предосторожности, исключающими воздействие кислорода.

9.3.4 Содержание примесей в экстрагированном масле

Экстрагированное масло должно быть чистым, в противном случае проводят определение содержания примесей. С этой целью растворяют жировое вещество в растворителе, используемом для экстракции. Раствор фильтруют через фильтровальную бумагу, предварительно высушенную при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы. Фильтровальную бумагу несколько раз промывают тем же растворителем для полного извлечения масла и снова высушивают при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы. Для охлаждения и взвешивания фильтра используют подходящий сосуд, снабженный крышкой. Соответственно корректируют результат.

9.4 Содержание масла в примесях

Для определения содержания масла в примесях проводят анализ таким же образом, как и для семян, но со следующими различиями:

- навеска пробы может быть от 5 до 10 г;
- необходима только одна экстракция в течение 4 ч, небольшая ошибка, вводимая при этом в результат определения содержания масла продукта в состоянии поставки, является несущественной.

10 Выражение результатов

10.1 Метод расчета

10.1.1 Общие положения

Во всех случаях за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух определений (см. 9.1), выраженный с точностью до одного десятичного знака.

10.1.2 Определение для продукта в состоянии поставки (кроме семян подсолнечника)

Содержание масла w, выраженное в процентах от массы продукта в состоянии поставки, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса навески пробы, выраженная в граммах (см. 9.2);

m_2 — масса сухого экстракта, выраженная в граммах (см. 9.3.3).

10.1.3 Определение содержания масла для семян подсолнечника в состоянии поставки

Содержание масла w семян подсолнечника, выраженное в процентах от массы продукта в состоянии поставки, вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_2 \cdot (100 - U_1)}{m_1 \cdot (100 - U_2)} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса навески пробы, выраженная в граммах (см. 9.2);

m_2 — масса сухого экстракта, выраженная в граммах (см. 9.3.3);

U_1 — процентное содержание массы воды и летучего вещества, определенное для цельных семян в состоянии поставки (см. 8.3.5) в соответствии с ISO 665;

U_2 — процентное содержание массы воды и летучего вещества, определенное для размолотых семян испытуемой пробы (см. 8.3.5) в соответствии с ISO 665.

10.1.4 Пальмовые косточки

Содержание масла (и свободных жирных кислот) в поставленном продукте рассчитывают по результатам отдельных анализов семян и примесей. Формула, приведенная в 10.1.2, используется для расчета содержания масла как в семенах, так и в примесях, если семена и примеси анализируются раздельно (см. 9.4).

В данном случае содержание масла w_0, выраженное как процентное содержание по массе продукта в состоянии поставки (косточки и примеси), вычисляют по формуле

$$w_0 = w_1 - [\frac{P}{100}(w_1 - w_2)], \quad (3)$$

где w_1 — процентное содержание по массе масла в чистых косточках;

w_2 — процентное содержание по массе масла в примесях;

P — процентное содержание по массе примесей в продукте при поставке.

10.1.5 Случай отделения посторонних немаслянистых инородных тел перед анализом (см. 8.1)

В данном случае содержание масла w_n, выраженное как процентное содержание по массе продукта в состоянии поставки (косточки и примеси), вычисляют по формуле:

$$w_n = w \cdot \left[\frac{100 - x}{100}\right], \quad (4)$$

где w — процентное содержание по массе масла в продукте в состоянии поставки (рассчитанное в соответствии с 10.1.2 или 10.1.3, соответственно);

x — процентное содержание по массе крупных немаслянистых инородных тел, предварительно отделенных от исходного продукта в состоянии поставки.

10.1.6 Арахис

Содержание масла w, выраженное как процентное содержание по массе продукта в состоянии поставки, вычисляют по формуле

$$w = w_1 - \left[\frac{p + l_0 + l_n}{100}\right](w_1 - w_2), \quad (5)$$

где p — процентное содержание по массе всего тонкоизмельченного продукта;

l_0 — процентное содержание по массе маслянистых примесей;

l_n — процентное содержание по массе немаслянистых примесей;

w_1 — процентное содержание по массе масла в чистых земляных орехах;

w_2 — процентное содержание по массе масла в примесях.

Если испытание проводилось на образце в состоянии поставки, содержание масла рассчитывают в соответствии с 10.1.2.

10.1.7 Содержание масла, выраженное относительно сухого вещества

Содержание масла w_d, выраженное как процентное содержание по массе сухого вещества, вычисляют по формуле

$$w_d = w_0 \cdot \left[\frac{100}{100 - U}\right], \quad (6)$$

где w_0 — процентное содержание по массе масла в продукте в состоянии поставки;

U — процентное содержание по массе воды и летучего вещества, определенное в соответствии с ISO 665.

10.1.8 Содержание масла, выраженное в пересчете на любое требуемое содержание влаги

Может возникнуть необходимость преобразовать содержание масла в образце, определенное при одном содержании влаги, в содержание масла при другом содержании влаги, например, если образец был частично подсушен перед определением массы пробы для испытаний, вычисляют по формуле

$$w' = w \cdot \left[\frac{100 - U'}{100 - U}\right], \quad (7)$$

где w — содержание масла при содержании влаги и летучих веществ, равном U;

w' — содержание масла при содержании влаги и летучих веществ, равном U'.

11 Сходимость результатов

11.1 Программа межлабораторных испытаний

Подробности программы межлабораторных испытаний по сходимости метода обобщены в приложении А. Значения, полученные по этой международной программе испытания, могут быть неприменимы для диапазонов концентраций и матриц, отличающихся от приведенных в настоящем стандарте.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух одноразовых независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одинаковом оборудовании за короткий промежуток времени, не должна быть более значений r, указанных в таблице А.1, в более 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух одноразовых независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, не должна быть более значений R, указанных в таблице А.1, в более 5 % случаев.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) использованный метод отбора образцов, если известен;

c) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

d) использованный растворитель;

e) все рабочие условия, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями о любых инцидентах, которые могли повлиять на результат;

f) полученный результат испытания с четким указанием к чему он относится: к содержанию масла в продукте при поставке или к содержанию масла относительно сухого вещества семян, или ядер, из которых удалены примеси, или к удельной влажности, или к содержанию сухого вещества;

g) если проверялась повторяемость, то полученный окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания масла

Межлабораторные испытания проведены на международном уровне Федерацией ассоциации по маслам, семенам и жирам (FOSFA) в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2 по семенам рапса (2000), сои культурной (1998) и семенам подсолнечника (2001 и 2005). Результаты представлены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний

Параметры	Рапс	Соя культурная	Семена подсолнечника	Семена подсолнечника
Количество участвующих лабораторий	29	42	51	59
Количество лабораторий после исключения выбросов	29	40	51	54
Количество результатов испытаний во всех лабораториях	58	80	102	108
Среднее значение содержания масла, % по массе	43,06	19,38	44,10	45,52
Стандартное отклонение повторяемости, s_r	0,10	0,07	0,13	0,14
Коэффициент вариации повторяемости, CV(r)	0,23	0,38	0,49	0,62
Предел повторяемости, r	0,27	0,20	0,36	0,40
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R	0,55	0,38	0,49	0,62
Коэффициент вариации воспроизводимости, CV(R)	1,28	1,97	1,12	1,36
Предел воспроизводимости, R	1,54	1,07	1,38	1,73

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 658	IDT	ГОСТ ISO 658—2013 «Семена масличных культур. Определение содержания примесей»
ISO 664	MOD	ГОСТ 29141—91 (ИСО 664—90) «Семена масличных культур. Выделение пробы для анализа из средней пробы»
ISO 665	IDT	ГОСТ ISO 665—2017 «Семена масличных культур. Определение содержания влаги и летучих веществ»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированный стандарт.

Библиография

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

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

[3] ISO 5725-2 *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 сходимость) методов и результатов измерения. Часть 2. Базовый метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения]

УДК 633.85:006.354 МКС 67.200.20 IDT

Ключевые слова: семена масличных культур, определение содержания масла

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.01.2019. Подписано в печать 07.02.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru