ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

ЖМЫХ, ШРОТ И ШЕЛУХА ХЛОПКОВАЯ
Метод определения масличности

Издание официальное

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент 2013

Предисловие

1 Разработан и внесен: Ассоциацией предприятий пищевой промышленности, ООО «Yog tahlil servis».

2 Утвержден и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «26» 02 2013г. № 05-430

3 Взамен O'zDSt 612:1994.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит агентству «Узстандарт».

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Содержание

Область применения.....1
Нормативные ссылки 1
Термины и определения.....2
Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы..... 2
Порядок подготовки к выполнению измерений....3
Порядок выполнения измерений..... 4
Обработка результатов измерений.....5
Допустимая погрешность измерений..... 5
Приложение А.....6
Библиографические данные.....7

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

ЖМЫХ, ШРОТ И ШЕЛУХА ХЛОПКОВАЯ
Метод определения масличности

Кунжара, шрот, пахта шелухаси
Ёғдорликни аниқлаш усули

Oilcake, oilmeal and peel
Method for determination of oil content

Дата введения с 26.02.2013
Срок действия до 26.02.2018

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи, шроты и шелуху хлопковых семян и устанавливает метод определения масличности (сырой жир) методом исчерпывающей экстракции в аппарате Нааба в диапазоне измерений: жмыха от 2,0% до 9,0%; шрота от 0,5% до 2,0%; шелухи от 1,0% до 4,0%.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 68-74	Жмых хлопковый. Технические условия.
ГОСТ 450-77	Кальций хлористый технический. Технические условия
ГОСТ 606-75	Шрот хлопковый. Технические условия.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 2177-99	Нефтепродукты. Определение фракционного состава.
ГОСТ 4403-91	Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия.
ГОСТ 5556-81	Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.
ГОСТ 8505-80	Нефрас-С 50/170. 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.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
3443 son bilan
«26» 02 2013 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

ГОСТ 13979.1-68	Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Метод определение влаги и летучих веществ.
ГОСТ 19423-95	Электрокофемолки бытовые. Технические условия.
ГОСТ 21241-89	Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний.
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

Примечание: При пользование настоящим стандартом необходимо проверить действие ссылочных стандартов по указателю стандартов, который составлен по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ 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 применены следующие термины и определения:
- **масличность** – содержание сырого жира, выраженная в процентах.
- **влажность** – массовая доля влаги, выраженная в процентах.
- **экстрагирование** – извлечение сырого жира из измельченного продукта низкокипящим растворителем при определенных условиях в аппарате Нааба.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Для определения масличности применяются следующие аппаратура, реактивы и материалы:

- весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,0002 g при наибольшем пределе взвешивания 200 g по ГОСТ 24104;
- весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,001 g при наибольшем пределе взвешивания 500 g по ГОСТ 24104;
- аппарат Нааба (приложения А рис.1) состоящий из колбы из термостойкого стекла вместимостью 250 cm^3, стеклянного экстрактора и стеклянного холодильника по ГОСТ 25336;
- аппарат для отгонки экстракционного бензина по ГОСТ 2177, состоящий из холодильника ХПТ 1 (2)-300(400)-14/23(23)32ХС, насадки термостойкие Н1-19/26-14/23, колбы конической вместимостью 250 cm^3 по ГОСТ 25336;
- шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева в интервале от 0 до 110 °С с погрешностью ±3 °С по действующей нормативной документации;
- баня водяная по действующей нормативной документации;
- эксикатор 2-180(230; 290) по ГОСТ 25336;.

O'zDSt ... STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA ... TEXNOLOGIYALARI

- многогнездовая песочная баня с паровым или электрическим обогревателем по действующей нормативной документации;

- ступка металлическая 3 или лабораторная мельница по ГОСТ 19423;

- сито металлическое с диаметром отверстий 0,25 mm из набора сит по действующей нормативной документации или сито из шелковой ткани № 27 по ГОСТ 4403;

- болванка деревянная диаметром 25-26 mm, высотой 150 mm по действующей нормативной документации;

- пинцет по ГОСТ 21241;

- цилиндры мерные вместимостью 50 или 100 cm^3 не ниже второго класса по ГОСТ 1770;

- воронки химические стеклянные В-36 (56)-80 и ВФ 1-56(75) по ГОСТ 25336;

- стаканчик для взвешивания (бюкс) по ГОСТ 25336;

- часовое стекло по действующей нормативной документации;

- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;

- вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556;

- кальций хлористый по ГОСТ 450;

- эфир петролейный по ГОСТ 6265;

- Нефрас 50/170 по ГОСТ 8505;

- Бензин экстракционный (фракция, выкипающая при температуре 40 – 55 °С по действующей нормативной документации;

Примечание – Допускается применять средства измерений с метрологическими, а вспомогательные устройства с техническими характеристиками не уступающими в указанных выше.

5 ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Отбор проб образцов жмыха, шрота и хлопковой шелухи по ГОСТ 13979.0

5.2 Определение влажности (W) по ГОСТ 13979.1

5.3 Приготовление патрона из фильтровальной бумаги.

Для обезжиривания фильтровальную бумагу нарезают размером 70-185 mm, свертывают в трубку и перевязывают ниткой, вату сворачивают в рулон и перевязывают ниткой. Обезжиривание фильтровальной бумаги и ваты ведут в разных экстракторах аппарата Нааба. Для этого в экстракторы (2) помещают фильтровальную бумагу и вату в колбу (1) заливают растворитель на 2/3 объема (не более), присоединяют ее к холодильнику (3), помещают на водяную баню, нагретую до 110-120°С и производят обезжиривание в течение двух часов.

Фильтровальную бумагу и вату вынимают пинцетом из экстрактора, помещают в чашку Петри на чистую бумагу, помещают в сушильный шкаф и дают растворителю испариться полностью при температуре (103 ±2) °С.

На деревянную болванку навертывают обезжиренную фильтровальную бумагу размером 10х50 mm так, чтобы с одной стороны болванки край

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQA MAGI

бумаги выступал на 20-25 mm. Эту часть пинцетом загибают по мере завертывания ее на болванку, образуя «патрон».

Патрон снимают с болванки и на дно его кладут кусочек (массой 2-3 g) обезжиренной ваты.

5.5 Подготовка пробы жмыха и шрота

Пробу массой около 50 g измельчают на мельнице или в ступке. В начале измельчают небольшое количество пробы, которое затем отбрасывают. Измельченную пробу просеивают через сито с диаметром отверстия 0,25 mm. Измельчение проводят до прохождения через сито всей пробы. Трудно измельчаемый остаток на сите (лузгу или шелуху) после измельчения всей ядровой части, добавляют к пробе, прошедшей через сито.

5.6 Подготовка пробы шелухи.

Пробу шелухи массой 100 g, взвешенных с точностью 0,01 g, рассыпают на гладкую поверхность ровным слоем и отбирают на ощупь все целые семена, взвешивают их с точностью до 0,001 g, определяют их массовую долю и измельчают.

Пробу шелухи готовят прибавлением рассчитанного количества измельченных целых семян

5.7 Колба аппарата Нааба перед проведением экстракции должна быть высушена до постоянной массы при температуре 100-105^{0}C.

6 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Из пробы подготовленной по п. 5.5 берут навеску жмыха, шрота массой 5,0 g, в с точностью до 0,001 g экстракционный патрон кладут сверху кусочек обезжиренной ваты 2-3 g, не утрамбовывая пробу.

Из подготовленной пробы по п. 5.6 берут навеску в экстракционный патрон навеску шелухи массой 5,0 g, с точностью до 0,001 g кладут сверху кусочек обезжиренной ваты 2-3 g, не утрамбовывая пробу.

Края патрона загибают вниз, формируя в центре над ватой углубление размером (около 5 mm).

Под выступающие над ватой края патрона делают петлю из нитки или вставляют пружинный захват. Подготовленные патроны с пробой подвешивают к крючу холодильника в вертикальном положении. Холодильник вставляют в шлиф экстрактора, а экстрактор в шлиф приемной колбы, содержащей 70-75 cm^3 растворителя.

Аппарат Нааба устанавливают на песочную баню и ведут экстракцию в вытяжном шкафу при температуре 110- 120 °C: шрота – 3 часа, жмыха – 4 часа, шелухи – 3-4 часа.

Примечание – Скорость экстракции регулируется изменением температуры песочной бани и глубиной погружения колбы в баню с таким расчетом, чтобы углубление в верхней части экстрагируемого патрона было постоянно заполнено растворителем, стекающим с холодильника.

По истечении указанного времени, для проверки полноты экстракции на фильтровальную бумагу помещают каплю, стекающую из экстрактора растворителя. После испарения растворителя не должно остаться жирного

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

пятна, в противном случае экстракцию продолжают, проверяя полноту извлечения сырого жира через каждый час.

6.2 По окончании экстракции колбу отсоединяют от экстрактора и отгоняют из нее растворитель на аппарате для отгонки. По окончании отгонки растворителя для удаления следов растворителя колбу выдерживают на бане в наклонном положении 5-10 минут, периодически поворачивая ее. Далее колбу с маслом помещают в сушильный шкаф и высушивают сырой жир при температуре (110±3) °С до постоянной массы. Выдерживают пробу в сушильном шкафу в течение одного часа, затем помещают ее в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Повторное высушивание проводят в течение 30 минут, помещают пробу в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают и так процедуру повторяют до получения постоянной массы.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Массовую долю сырого жира (X) вычисляют по формуле в %

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

где m – масса испытуемого продукта, g;

m_1 – масса пустой колбы, g;

m_2 – масса колбы с маслом, g

7.2 Массовую долю сырого жира в пересчете на абсолютно сухое вещество вычисляют по формуле, %

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

где: X – массовая доля сырого жира в испытываемом продукте, %;

W – влажность продукта.

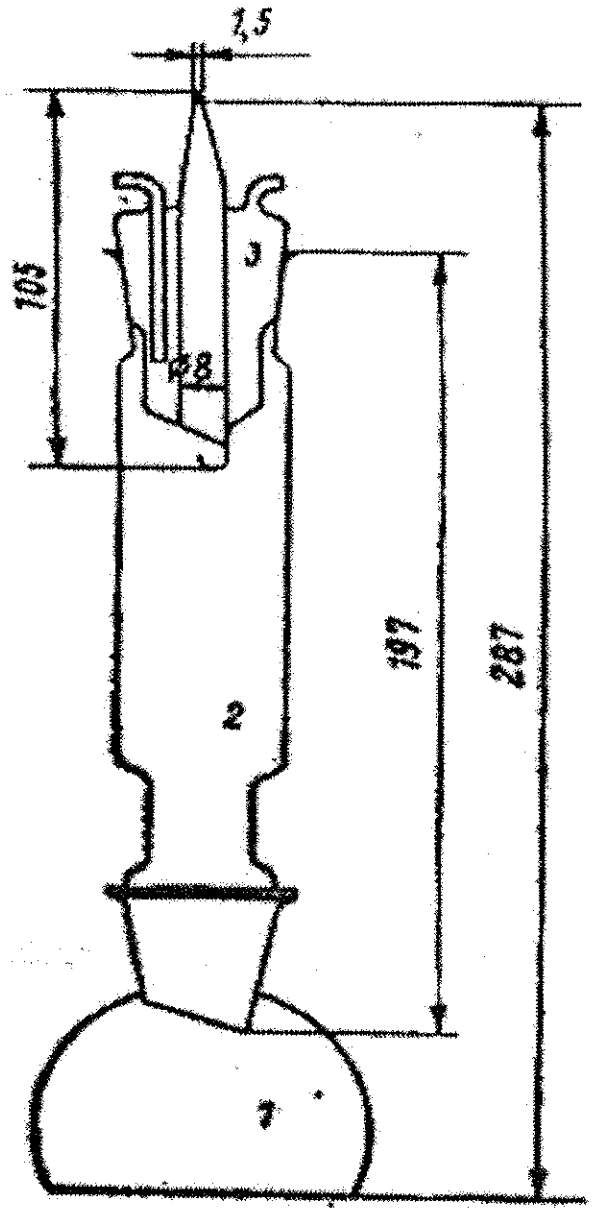
8 ДОПУСТИМАЯ ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных наблюдений.

8.2 Абсолютные расхождения между результатами измерений не должны превышать значений, %: жмыха - 0,3; шрота – 0,2; шелухи - 0,2 при доверительной вероятности 0,95..

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Приложение А



Аппарат Нааба.

Рисунок 1.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

УДК 664.6:543.06:006.354
Группа Н69

Ключевые слова: отбор проб, масличность, подготовка к испытанию, проведение испытаний, обработка результатов.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
ассоциации предприятий
пищевой промышленности

_____В.Х. Джураев
«___»_____2013г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла

_____О.О. Зуфаров
«____»_____2013г.

Директор ООО «Yog' tahlil servis»
_____Н.Ш. Шарипов
«03»__01__2013г.

СОГЛАСОВАНО:

Генеральный директор
ОАО «Тошкент ёг-мой комбинати»
№ 79/08 Б.С.Нуритдинов
«16»__01__2013г.