O'z DSt 602:2008

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

СЕМЕНА ХЛОПЧАТНИКА ТЕХНИЧЕСКИЕ

Методы определения масличности

Издание официальное

Узбекское агентство стандартизации, метрологии и сертификации

Ташкент

ОКС 67.200.20

Изменение № 1 O‘z DSt 602:2008 Семена хлопчатника технические. Методы определения масличности

Утверждено и введено в действие Постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации от 13.09.2013 № 05-186

Дата введения 16.09.2013

Срок действия стандарта продлить до 2018-09-25.

Пункт 9.3. Изложить в следующей редакции:

"9.3 Допускаемое расхождение между результатами лабораторных испытаний поставщика и потребителя не должно превышать:

- при масличности до 16,0 % - 1,1 абс. %;
- от 16,1 % до 19,0 % - 0,8 абс. %;
- от 19,1 % и более - 0,6 абс. %."

O'ZSTANDART AGENTLIGI
1560/01
«13» 09 2013
Davlat ro'yxatiga olindi

Изменение № 1 O‘z DSt 602:2008

Генеральный директор
ОАО "PAXTASANOAT ILMIY MARKAZI" Б.Я. Кушакеев

Заместитель Генерального директора
по науке, к.т.н. Р.А. Гуляев

Заведующий отделом стандартизации и
метрологии, начальник БОС, к.т.н., с.н.с. А. Ахмедов

Ведущий научный сотрудник, к.т.н. Ю.Д. Якубова

Младший научный сотрудник Л.А. Джунаева

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

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Узбекским центром сертификации хлопкового волокна "Сифат" и ОАО "РАХТА TOZALASH ПСНВ"

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации "Хлопок"

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации от 2008 -09-17 №05-114

4 ВЗАМЕН O'z DSt 602:1993

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Узбекистана публикуется в указателе, издаваемом агентством "Узстандарт". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе, издаваемом агентством "Узстандарт"

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Узбекистана принадлежит агентству "Узстандарт»

Содержание

1 Область применения..... 1
2 Нормативные ссылки..... 1
3 Термины и определения 2
4 Методы измерений..... 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы..... 3
6 Порядок подготовки к выполнению измерений 4
7 Порядок выполнения измерений 5
8 Обработка результатов измерений 6
9 Допустимая погрешность измерений 8
Библиография 10

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

ТЕХНИК ЧИГИТ
Ёғдорликини аниқлаш усуллари

СЕМЕНА ХЛОПЧАТНИКА ТЕХНИЧЕСКИЕ
Методы определения масличности

COTTONSEEDS FOR CRUSHING PURPROSES
Methods for determination of oil content

Дата введения 2008 -09-25
Срок действия 2013 -09-25

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на семена хлопчатника, поставляемые для промышленной переработки на предприятиях масложировой промышленности, и устанавливает методы определения масличности с применением лабораторного ЯМР-анализатора АМВ-1006 или АМВ-1006М в диапазоне значений от 15 до 30 % и с применением аппарата Нааба в диапазоне значений от 10 до 25 %.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2177-82 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

Издание официальное

O'ZSTANDART AGENTLIGI
1560 son bilan
«17» 09 2008 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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

O'z DSt 581:2002 Переработка хлопка-сырца. Термины и определения.

O'z DSt 598:2008 Семена хлопчатника технические. Методы отбора проб

O'z DSt 599:2008 Семена хлопчатника технические. Метод определения массовой доли минерального и органического сора

O'z DSt 600:2008 Семена хлопчатника технические. Методы определения массовой доли влаги

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на территории Узбекистана по соответствующему указателю стандартов (классификаторов), составленному 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, применятся в части не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины в соответствии с O'z DSt 581.

4 Методы измерений

4.1 Метод измерений основан на измерении амплитуд сигналов свободной прецессии и спинового эха, времен спин-спиновой

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

релаксации протонов молекул жира в исследуемой пробе.

4.2 Метод определения масличности на аппарате Нааба основан на экстрагировании петройлерным эфиром или экстракционным бензином из измельченных семян хлопчатника масла, то есть тирглицеридов и сопутствующих им веществ (моно- и диглицеридов, свободных жирных кислот, фосфатидов, токоферолов, стеролов, госсипола и др.) и количественном их определении.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 При определении масличности семян на ЯМР-анализаторе используют следующее лабораторное оборудование:

- комплекты государственных стандартных образцов масличности семян хлопчатника с абсолютными погрешностями аттестованных значений не превышающих ± 0,2 %.
- устройство для удаления металломагнитных примесей;
- стеклянные емкости с плотно закрывающимися крышками по ГОСТ 25336 для хранения проб;
- сито, штампованное с круглыми отверстиями диаметром 3,0 mm.

5.2 При определении масличности семян на аппарате Нааба используют следующее лабораторное оборудование и реактивы:

- аппарат Нааба, состоящий из колбы, экстрактора и холодильника;
- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором;
- весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания не более 200 g с ценой деления шкалы не более 5 mg по ГОСТ 24104;
- эксикатор по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием;
- чашки выпарительные вместимостью 250 cm^3 по ГОСТ 9147;
- цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 cm^3 по ГОСТ 1770;
- воронки стеклянные диаметром от 4 до 5 cm по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- шпатель по ГОСТ 9147;
- пинцет по ГОСТ 21241;
- эфир петролейный - фракция, выкипающая при температуре от 40 °С до 55 °С или бензин экстракционный, фракция, выкипающая при температуре от 63 °С до 75 °С;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- вата гигроскопическая по ГОСТ 5556;
- много-гнездовая водяная или песочная баня с паровым или электрообогревом;
- деревянный или картонный цилиндрический стержень диаметром 25 mm, длиной от 150 до 160 mm;
- аппарат для отгонки растворителя по ГОСТ 25336 или роторный вакуум-испаритель ИР-1М;
- мельница лабораторная или металлическая ступка.

6 Порядок подготовки к выполнению измерений

6.1 Метод определения масличности семян на ЯМР-анализаторе

6.1.1 Отбор проб по O'z DSt 598.
6.1.2 Подготовка проб для испытаний по [1]
6.1.3 Подготовка ЯМР-анализатора к работе по [1].

6.2 Метод определения масличности семян на аппарате Нааба

6.2.1 Отбор проб по O'z DSt 598.
6.2.2 Определение массовой доли минерального и органического сора по O'z DSt 599.
6.2.3 Определение массовой доли влаги семян по O'z DSt 600.
6.2.4 Подготовка пробы к анализу проводится в зависимости от способа измельчения семян.

I способ - измельчение семян в лабораторной мельнице.

Из семян, очищенных от сорных примесей по O'z DSt 599, отбирают около 50 g, подсушивают в выпарительных чашках в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С в течение 30 min. Подсушенные семена измельчают в лабораторной мельнице (предварительно промасленной путем измельчения небольшого количества семян хлопчатника данной пробы) до однородной массы.

II способ - измельчение семян в металлической ступке.

Из семян, очищенных от сорных примесей по O'z DSt 599, берут пробу для испытаний массой 5,00 g с точностью 0,005 g,

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

подсушивают в выпарительной чашке в сушильном шкафу, как описано выше, затем измельчают в металлической ступке до однородной массы. Использование данного способа подготовки пробы исключает определение влаги подсушенных семян.

6.2.5 Из фильтровальной бумаги приготавливают экстракционный патрон следующим образом: бумагу размером 10×50 cm навертывают на деревянный стержень, подворачивая складками свободный край бумаги для образования донышка патрона. Затем патрон снимают со стержня и на дно его кладут кусочек ваты.

6.2.6 Вата и фильтровальная бумага должны быть предварительно обезжирены экстракцией органическим растворителем в аппарате Нааба в течение 2 h.

6.2.7 Колба аппарата Нааба перед проведением экстракции должна быть высушена до постоянной массы при температуре от 100 °С до 110 °С.

6.2.8 Выделение из экстракционного бензина фракции, выкипающей при температуре от 63 °С до 75 °С, производят в соответствии с ГОСТ 2177.

7 Порядок выполнения измерений

7.1 Выполнение измерений на ЯМР-анализаторе АМВ-1006 или АМВ-1006М производится в соответствии с [1].

7.2 Выполнение измерений при работе с аппаратом Нааба.

7.2.1 Измельченные в лабораторной мельнице семена (I способ) тщательно перемешивают шпателем и берут пробу для испытаний семян массой 5,00 g с точностью 0,005 g для определения масличности и 10,00 g с точностью 0,005 g для определения массовой доли влаги измельченных подсушенных семян (W_1).

Пробу для испытаний измельченных в ступке семян (II способ) количественно переносят из ступки в патрон из фильтровальной бумаги для определения масличности.

7.2.2 Помещенную в экстракционный патрон пробу для испытаний, накрывают небольшим слоем ваты, не утрамбовывая пробу. Края патрона загибают вниз, формируя из бумаги в центре над ватой углубление порядка 5 mm. Под выступающие над ватой края патрона вставляют пружинный захват, за который подвешивают патрон к крючку холодильника в вертикальном положении.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Холодильник вставляют в шлиф экстрактора, а экстрактор в шлиф приемной колбы.

7.2.3 Через холодильник при помощи воронки или, приподняв его, в экстрактор наливают 75 cm^3 петролейного эфира или экстракционного бензина.

7.2.4 Аппарат Нааба устанавливают в водяной бане и ведут экстракцию в вытяжном шкафу в течение 4 h. Температура воды в бане должна поддерживаться на уровне от 80 °С до 85 °С при применении экстракционного бензина, аппарат Нааба устанавливают в песочной бане и ведут экстракцию в течение 6 часов при температуре от 110 °С до 120 °С.

7.2.5 Скорость экстракции регулируется изменением температуры воды в водяной бане и глубиной погружения приемной колбы в водяную баню с таким расчетом, чтобы углубление в верхней части экстракционного патрона было постоянно заполнено органическим растворителем, стекающим с холодильника.

7.2.6 По истечении времени экстракции проверяют полноту извлечения масла. Для этого отсоединяют от колбы экстрактор, наносят одну каплю стекающего из экстрактора раствора на стеклянную поверхность. После испарения растворителя не должно остаться жирного пятна, в противном случае экстракцию продолжают, проверяя полноту извлечения масла через час.

7.2.7 По окончании экстракции колбу отсоединяют от экстрактора и отгоняют из нее растворитель на роторном вакуум-испарителе или аппарате для отгонки растворителя при нормальном давлении. В последнем случае для полного удаления растворителя колбу выдерживают на водяной бане в наклонном положении от 10 до 15 min, периодически поворачивая.

7.2.8 Колбу с маслом помещают в сушильный шкаф и высушивают масло при температуре (110 ± 2) °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 час, последующие - через 30 min, предварительно охладив в эксикаторе.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Масличность М сухих и очищенных семян в процентах определяют на ЯМР-анализаторе АМВ-1006 или АМВ-1006М, снимая показания прибора.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Полученный результат пересчитывают с учетом массовой доли фактической влаги ($W_Ф$) и минерального и органического сора ($C_Ф$) в процентах по формуле:

$$M_К = \frac{M \cdot (100 - W_Ф) \cdot (100 - C_Ф)}{100 \cdot 100} \quad , \qquad (1)$$

8.2 Масличность (М) очищенных и подсушенных семян в процентах при работе с аппаратом Нааба (I способ подготовки пробы) вычисляют по формуле:

$$M = \frac{M_м - M_к}{M_1} \cdot 100 \quad , \qquad (2)$$

где M_1 - масса очищенных от минерального и органического сора и подсушенных семян, g;

$M_к$ - масса пустой колбы, g;

$M_м$ - масса колбы с маслом, g.

Полученный результат пересчитывают с учетом массовой доли фактической влаги ($W_ф$) и минерального и органического сора ($C_ф$) в процентах по формуле:

$$M_к = \frac{M \cdot (100 - W_ф) \cdot (100 - C_ф)}{100 \cdot (100 - W_1)} \quad , \qquad (3)$$

где W_1 - массовая доля влаги очищенных и подсушенных семян, %.

8.3 Масличность (М) очищенных семян в процентах при работе с аппаратом Нааба (II способ подготовки пробы) вычисляют по формуле:

$$M = \frac{M_м - M_к}{M_2} \cdot 100 \quad , \qquad (4)$$

где M_2- масса очищенных от минерального и органического сора семян, g.

Полученный результат пересчитывают с учетом фактической массовой доли минерального и органического сора ($C_ф$) в процентах

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

по формуле:

$$M_k = \frac{M \cdot (100 - C_ф)}{100}, \qquad (5)$$

8.4 Вычисления производят с точностью до второго десятичного знака после запятой с последующим округлением до первого десятичного знака после запятой.

9 Допустимая погрешность измерений

9.1 Метод определения масличности семян на ЯМР-анализаторе АМВ-1006 или АМВ-1006М

Погрешность измерений масличности при доверительной вероятности 0,95 не должна превышать значений, указанных в Таблице 1.

Таблица 1 - Характеристики погрешности результатов измерений масличности (P=0,95)

Показатель	Масличность, %
Стандартное отклонение повторяемости (сходимости) s_r	0,12
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R Среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности $\sigma(\Delta)$	0,30
Допустимое расхождение (повторяемость) между результатами параллельных измерений $d_{сх}$	0,50
Допустимое расхождение (воспроизводимость) между результатами измерений $d_в$	1,00
Систематическая составляющая погрешности Δ_c	0,30
Границы абсолютной погрешности результатов измерений $\pm \Delta$	0,60

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
NUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

9.2 Метод определения масличности на аппарате Нааба

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями 0,5 абс. % при применении петролейного эфира и 1 абс. % при применении экстракционное бензина.

9.3 Допускаемое расхождение между результатами лабораторных анализов поставщика и потребителя не должно превышать:

- при масличности до 16,0 % включительно - 1,1 абс. %;
- от 16,1 % до 19,0 % включительно - 0,8 абс. %;
- от 19,1 % и более - 0,6 абс. %.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Библиография

[1] МВИ 350:2007 Методика выполнения измерений масличности и влажности семян хлопчатника методом импульсного ядерного магнитного резонанса с применением ЯМР-анализатора "АМВ-1006М"

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

УДК 633.85:006.039 Группа С 29 ОКС 67.200.20

Ключевые слова: стандарт, семена хлопчатника технические, масличность, метод определения, ядерно-магнитный резонанс, экстракция

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Председатель Правления
ОАО "PAXTATOZALASH IIChB",
к.т.н. Р.Ф. Юнусов

Заместитель Председателя Правления
ОАО "PAXTATOZALASH IIChB" по науке,
к.т.н., с.н.с. К.С. Сабиров

Председатель ТК "Хлопок", к.т.н., с.н.с. В.Г. Ракипов

Начальник БОС
ОАО "PAXTATOZALASH IIChB", к.т.н, с.н.с. А.А. Ахмедов

Ведущий научный сотрудник, к.т.н. Ю.Д. Якубова

Ведущий научный сотрудник Г.Ё. Рахимбергенова

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Генеральный директор УЦ "Сифат",
к.т.н, с.н.с — В.Е. Устюгин

Первый заместитель генерального директора
УЦ "Сифат", д.т.н, проф. — Э.Т. Максудов

Начальник Управления метрологии, НИР и
СО УЦ "Сифат", к.т.н.. — Р.А. Гуляев

Начальник Отдела стандартизации и НД
УЦ "Сифат" — Н.Б. Наумова

"Сифат" маркази стандартлаштириш бўлими
бош мутахасиси — С.А. Иминова

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI