ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения нежировых примесей и отстоя

Издание официальное

Узбекское агенство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент – 2015

Предисловие

- Разработан и внесен: Ассоциации предприятий пищевой промышленности, ООО «Ёғ тахлил сервис»
- Утвержден и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «23» 01 2015г. №05-614
- Взамен O'zDSt 1197:2009.

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 Узбекистана принадлежит Агентству «Узстандарт»

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, PAVLAT
NAZORAT VA NOVOFIKLASHTIRISHNI
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSH BARMOG'I

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения нежировых примесей и отстоя

ЎСИМЛИК ЁҒЛАРИ

Ёғ бўлмаган аралашмалар ва чўкмани аниқлаш усуллари

VEGETABLE OILS

Methods for determination of insoluble impurities

Дата введения с 27.01. 2015г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на хлопковое масло и устанавливает методы определения массовой доли нежировых примесей, не растворимых в петролейном эфире или бензине (нефрасе) и объёмной доли отстоя, формирующегося при отстаивании масла.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.286-78	Секундомер. Технические условия.
ГОСТ 450-77	Кальций хлористый технический. Технические условия.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
ГОСТ 2603-79	Реактивы. Ацетон. Технические условия.
ГОСТ 3118-77	Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 12026-76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.
ГОСТ 20015-88	Хлороформ. Технические условия.
ГОСТ 24104-80	Весы лабораторные. Общие технические требования.
ГОСТ 24363-80	Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 25336-82	Посуда лабораторная стеклянная. Технические условия.
ГОСТ 28498-90	Термометры стеклянные, технические. Технические условия.
ГОСТ 29252-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть2. Бюретки без установленного времени ожидания.
O'zDSt 1201:2014	Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
5369 son bilan
«23» 01 2015 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

Примечание: При пользовании 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

- **нерафинированное растительное масло** – масло растительное, очищенное от мелкой и крупной взвеси, но не прошедшее полного цикла операций по рафинации или совокупности некоторых из них;

- **рафинированное растительное масло** – масло растительное, прошедшее очистку по полному или частичному циклу стадий рафинации;

- **нежировые примеси (весовой отстой)** – показатель, характеризующий количественное содержание в растительном масле веществ, не растворимых в петролейном эфире;

- **отстой по объему (объемный отстой)** – показатель, характеризующий отношение объема, занимаемого выделенным в стандартных условиях осадком, к общему объему растительного масла.

4 МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

4.1 Отбор проб – по O'zDSt 1201:2014.

5 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕЖИРОВЫХ ПРИМЕСЕЙ

Метод основан на отделении от масла не растворимых в петролейном эфире или низкокипящем бензине (нефрасе) нежировых примесей и последующем определении массовой доли этих примесей взвешиванием.

5.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g;

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3 или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000g;

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий погрешность поддержания температуры не более 3^0C максимальной температурой нагрева 200^0C по действующей нормативной документации;

Термометр лабораторный типа ТЛ-2 по ГОСТ 28498 или термометр технический по действующей нормативной документацией исполнения II;

Баня водяная по действующей нормативной документации;

Лабораторный вакуумнасос или водоструйный насос по действующей нормативной документации;

Металлические воронки для фильтрования под вакуумом (черт.1,2, приложение 1,2);

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLIK
NAZORATI VA AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BO'LIMI

Аппарат Сокслета, состоящий из насадки НЭТ 150 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХШ-2-250-19/25 ХС по ГОСТ 25336, колбы П-1-250 29/32 ТС по ГОСТ 25336;

Стаканы В-1-250, В-1-400, Н-1-250, Н-1-400 ТХС по ГОСТ 25336;

Стаканчики для взвешивания СВ-24/10, СВ-34/12, СН-45/13, СН-60/14, СН-85/15 по ГОСТ 25336 или металлические бюксы тех же размеров по действующей нормативной документации;

Воронки В-75 ХС по ГОСТ 25336;

Колбы 1-250, 1-500, 1-1000 по ГОСТ 25336;

Эксикатор 2-140, 2-190, 2-250 по ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием;

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканов;

Пинцет по действующей нормативной документации;

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026, обезжиренная;

Эфир петролейный или бензин (нефрас) по действующей нормативной документации.

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже, установленных стандартом.

5.2 Подготовка к анализу

5.2.1 Подготовка пробы масла

Пробу масло хорошо перемешивают.

В холодное время года пробу масла, подвергшегося охлаждению, предварительно нагревают на водяной бане при температуре 50^0C в течение 30 min, затем медленно охлаждают до 20^0C и перемешивают.

5.2.2 Подготовка фильтров

Из фильтровальной бумаги вырезают фильтры по размеру воронки.

Фильтры обезжиривают в аппарате Сокслета в течение 3 часов с применением того же растворителя, что и для анализа. По истечении указанного времени фильтры раскладывают под вытяжным устройством, выветривают до полного удаления запаха растворителя и помещают в стаканчики для взвешивания. Открытые стаканчики с фильтром сушат в сушильном шкафу в течение 1 час при температуре $(103\pm3)^0$C, после чего стаканчики закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе 40 min и взвешивают, записывая результат до четвертичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 min сушки.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 g.

5.2.3 Подготовка воронок с плоской фильтрующей поверхностью (см. черт.1) для фильтрования под вакуумом.

Подготовленные фильтры диаметром на 1-1,5 mm меньше диаметра сетки воронки прижимаются к сетке воронки при помощи шайбы и зажимной гайки. Воронку вставляют в колбу для фильтрования под вакуумом.

STANDARTLASHTIRISH AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA VA
NAZORAT-NI KUCHAYTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BO'LIMI

5.2.4 Подготовка конусообразных воронок (см. черт.2) для фильтрования под вакуумом

Воронку вставляют в колбу для фильтрования. Подготовленные фильтры складывают обычным способом и смачивают растворителем. Фильтры помещают в воронку и, включив вакуум-насос, по возможности плотнее прижимают их к внутренней стенке воронки.

5.3 Проведение анализа

В стакан отвешивают около 100 g испытуемого масла (рафинированного) или 50 g испытуемого масла (нерафинированного), записывая результат до второго десятичного знака.

Пробу растворяют в равном количестве растворителя и фильтруют через фильтр.

Если раствор масла плохо фильтруется, то следует добавить в него растворитель.

Для ускорения фильтрования рекомендуется применять фильтрование под разрежением, создаваемым лабораторным вакуум насосом или водоструйным насосом.

Со стакана смывают растворителем остатки пробы на тот же фильтр. Фильтр с нерастворимым остатком пробы промывают ещё раз 50 cm^3 растворителя, помещают в заранее приготовленный пакетик (по форме, сходной с пакетиком для лечебного порошка) и обрабатывают растворителем в аппарате Сокслета до полного удаления масла.

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 пакетик разворачивают, фильтр выветривают под вытяжным устройством до полного удаления запаха растворителя и помещают в стаканчик для взвешивания.

Открытый стаканчик с промытым фильтром помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 час при температуре $(103\pm3)^0$C, после чего стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 min и взвешивают, записывая результат до четвертого десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 min сушки.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 g. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю нежировых примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATI VA MUVOFIQLIKNI BAHOLASH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BO'LIMI

где m – масса анализируемой пробы масла, g;

m_1 – масса стаканчика с чистым фильтром, g;

m_2 – масса стаканчика с фильтром и нежировыми примесями, g.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Допустимые абсолютные расхождения между двумя параллельными измерениями не должны превышать 0,03%.

Для рафинированных масел результата измерения менее 0,03% принимают за отсутствие нежировых примесей.

5.4.2 Доверительный интервал абсолютной погрешности 0,03% в диапазоне значений массовой доли нежировых примесей более 0,04% при доверительной вероятности 0,95.

5.4.3 Контроль проводится путём проверки воспроизведения нормы абсолютного значения расхождений между параллельными определениями, а также проверки окончания экстракции по отсутствию жира при пробе на полноту экстракции.

6 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЪЁМНОЙ ДОЛИ ОТСТОЯ

Метод основан на образовании плотного осадка нежировых примесей масла, образующегося после обработки масла раствором хлористого кальция и ацетоном, отстаивании его в течение определенного промежутка времени и последующем определении объёмной доли отстоя.

6.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Бюретки 1-1-50-0,1; 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29252

Цилиндры 1-25; 1-50; 3-25; 3-50 по ГОСТ 1770

Штативы по действуюуей нормативной документации

Секундомер по ГОСТ 8.286 или часы песочные на 1 min

Ацетон по ГОСТ 2603

Кислота соляная по ГОСТ 3118

Кальций хлористый по ГОСТ 450

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Допускается применять импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже установленных стандартом.

6.2 Подготовка к анализу

6.2.1 Приготовление раствора хлористого кальция

Смесь, состоящую из 90 частей дистиллированной воды и 10 частей соляной кислоты, насыщают хлористым кальцием и хранят в закрытом сосуде при комнатной температуре.

6.2.2 Подготовка пробы масла

Пробу масла хорошо перемешивают.

6.3 Проведение анализа

В бюретку наливают 25 cm^3 испытуемого масла, 25 cm^3 ацетона и 10 cm^3 раствора хлористого кальция и перемешивают в нем в течение 1 min. Затем

O'ZBEKISTON STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA VA SERTIFIKATLASHTIRISH AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI JORIY ETISH BOSHQARMASI

бюретку устанавливают в штативе в вертикальном положении и оставляют в покое при комнатной температуре в течение 24 часов.

По истечении указанного времени измеряют высоту слоя, находящегося между нижним прозрачным слоем раствора хлористого кальция и верхним прозрачным слоем масла в ацетоне.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Объёмную долю отстоя (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{h\bullet 100}{25},$$

где, h – высота слоя, находящегося между нижним прозрачным слоем раствора хлористого кальция и верхним прозрачным слоем масла в ацетоне, cm^3;

25 – объём испытуемой пробы масла, cm^3.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

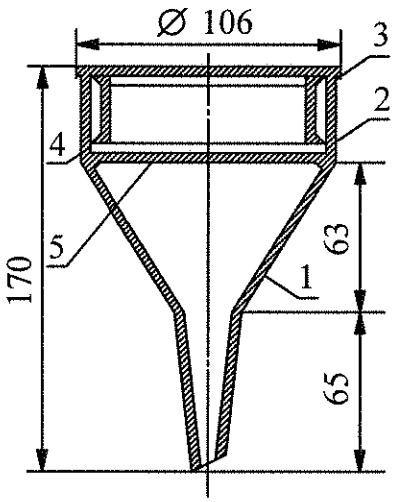
Допустимые абсолютные расхождения между двумя параллельными измерениями не должны превышать 0,4%.

6.4.2 Доверительный интервал абсолютной погрешности среднего арифметического значения двух параллельных измерений не более 0,4% в диапазоне значений объёмной доли отстоя от 0,4 до 30% (при доверительной вероятности 0,95).

6.4.3 Контроль проводится путём проверки воспроизведения нормы абсолютного значения расхождений между параллельными определениями.

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, PAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH BA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSH BARMAG'I

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

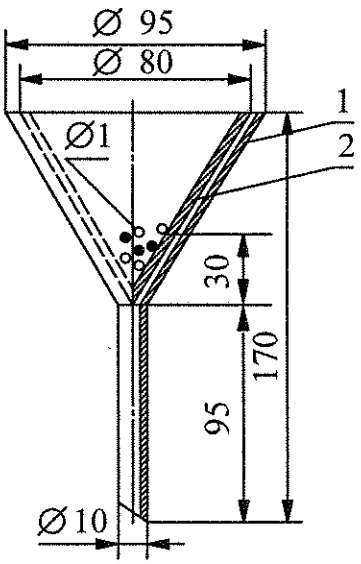


1 – коническая часть воронки; 2 – цилиндрическая часть воронки; 3 – зажимная гайка;

4 – шайба для прижатия фильтра к сетке; 5 – металлическая сетка для фильтрата

Черт.1

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное



1 – коническая часть с двойной стенкой; 2 – отверстия во внутренней стенке

Черт.2

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMI

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

УДК 665.335.5.001.4:006.354 ОКСТУ 9141 ОКС 67.200.10 Группа Н69

Ключевые слова: отбор проб; определения нежировых примесей; определения объёмной доли отстоя.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATI VA SERTIFIKATLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____ В.Х. Джураев
«29» 12 2015г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____ Пардаев Г.Э.
«24» 12 2015г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____ О.О. Зуфаров
«24» 12 2015г.

Директор ООО «Yog´ tahlil servis»
_____ Н.Ш. Шарипов
«04» 12 2014г.

СОГЛАСОВАНО:

Председатель правления
АО «Тошкент ёг-мой комбинати»
№1584/08 Б.С.Нуритдинов
«23» 12 2014г.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATI VA MUVOFIQLASHTIRISH SOHASIDA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMI