ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ
Методы определения масличности

Издание официальное

Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA SERTIFIKATLASH
BOSH IDORASI

Ташкент 2012

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 «25» 04 2012г. №05-383

3 Взамен ГОСТ 10857-64 и его изменениям.

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
SERTIFIKATLASHTIRISH
BOSHQARMASI

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

Содержание

Область применения.....1
Нормативные ссылки 1
Термины и определения.....2
Метод измерений.....2
Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы..... 2
Порядок подготовки к выполнению измерений....3
Порядок выполнения измерений..... 3
Обработка результатов измерений.....7
Допустимая погрешность измерений..... 9
Библиографические данные.....10

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT GUVOHNOMASI
BOSHQARMASI

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ
Методы определения масличности

ЁҒЛИ УРУҒЛАР
Ёғдорликни аниқлаш усуллари

OIL SEEDS
Methods for determination of oil content

Дата введения с 25.04.2012г.
Срок действия до 25.04.2017г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на семена масличных культур, поставляемые для промышленной переработки на предприятия масложировой промышленности и устанавливает методы определения масличности экстракционным и рефрактометрическим методами.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

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

ГОСТ 10852-86 Семена масличные. Методы отбора образцов.

ГОСТ 10856-90 Семена масличные. Методы определения влажности.

ГОСТ 12026-75 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 21241-89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 22551-77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жидкий кварц для стекольной промышленности. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
3060 son bilan
«20» 04 2012 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

ГОСТ 29252-91 Посуда лабораторная стеклянная. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения:

-масличность семян – содержание сырого жира и сопутствующих им веществ (свободных жирных кислот, фосфатидов, токоферолов, стеролов и др.) в семенах;

- **экстрагирование** - извлечение сырого жира из семян соответствующим растворителем в аппарате Сокслета;

4 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Экстракционный метод

Метод основан на экстрагировании растворителем из масличных семян сырого жира в аппарате Сокслета.

4.2 Рефрактометрический метод

Метод основан на извлечении жира из семян нелетучим растворителем, показатель преломления которого резко отличается от показателя преломления жира, с последующим определением концентрации жира в растворе по показателю преломления.

4.3 При арбитражных анализах семян на масличность обязательно применение экстракционного метода.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Для определения масличности семян применяются следующие аппаратура, реактивы и материалы:

- аппарат Сокслета состоящий из экстрактора, колбы и холодильника вместимостью экстрактора и колбы к нему 250 cm^3 по ГОСТ 25336;
- рефрактометр универсальный или жировой РЖ.
- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором;
- мельница лабораторная;
- ступки фарфоровые диаметром 10 cm по ГОСТ 9147;
- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g по ГОСТ 24104;
- баня водяная с терморегулятором;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- стаканы химические вместимостью 50-100 cm^3 по ГОСТ 25336;
- воронки стеклянные по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные оплавленные длиной 10 cm;
- пинцеты по ГОСТ 21241;
- шпатель;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
QO'LLASH UCHUN,
MATBUOTDA NASHR
VA TARQATISH MUMKIN
EMAS!

- часовые стекла диаметром 8 cm;
- бюретки номинальной вместимостью 25 cm^3 по ГОСТ 29252;
- эфир этиловый, предварительно высушенный и перегонный при температуре 34,5-36 ^0C ;
- песок кварцовый по ГОСТ 22551;
- соляная кислота по ГОСТ 3118;
- бромнафталин или хлонафталин;
- вата гигроскопическая по ГОСТ 5556;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;

Примечание. Песок обрабатывают соляной кислотой, прокаливают и просеивают (для работы применяют фракцию, оставшуюся на сите с отверстиями 0,5 mm и проходящую через сито отверстиями 1 mm).

6 ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Отбор проб масличных семян и выделения навесок для анализа по ГОСТ 10852.

6.2 Определение минерального и органического сора по п.п. 7.1.1 и 7.2.1 настоящего стандарта.

6.3 Определение массовой доли влаги ($W_ф$) по ГОСТ 10856.

6.4 Определение влажности ($W_{вл}$) по п.п. 7.3.2 настоящего стандарта.

6.5 Фильтровальная бумага для приготовления экстракционного патрона и вата должны быть проэкстрагированы этиловым эфиром в аппарате Сокслета в течении 2 h.

6.6 Колба аппарата Сокслета перед проведением экстракции должна быть высушена до постоянной массы при температуре 100-105 ^0C.

7 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 **Определение содержания сырого жира в семенах подсолнечника, сои и мелкосемянных культур (сафлор, лен, конопля, горчица, рыжик, сурепица, рапс и другие) в аппарате Сокслета.**

7.1.1 На делителе или способом диагонального деления, выделяют около 50 g семян подсолнечника, сои и просеивают их через сито – 3 mm, принятое для определения засоренности. Из семян, оставшихся на сите, выбирают неорганические и органические сорные примеси.

Проход через сито и выделенные сорные примеси объединяют и взвешивают. Масличную примесь оставляют в пробе.

Массы выделенных таким образом сорной примеси выражают в процентах от навески семян и используют для перерасчета масличности чистых семян на засоренные.

Для определения содержания сырого жира в семенах льна, сафлора, конопли, горчицы, рыжика, рапса, сурепицы и других мелкосемянных культур выделяют около 40 g семян, взвешивают их с точностью до 0,01 g и

RASMIY NUSXA
VA DAVLAT STANDARTI
BOSHQARMASI

просеивают через два сита с диаметром отверстий верхнего и нижнего сит (соответственно) для семян:

- конопли, сафлора, рапса, сурепицы и периллы-3 и 1 mm;
-горчицы – 2 и 1 mm;
-рыжика -3 и 0,5 mm;

Сход с верхнего сита и проход через нижнее сито объединяют и взвешивают. Масличную примесь и сор не прошедшие через нижнее сито, оставляют в пробе семян, идущих сходом с нижнего сита.

Массы выделенных таким образом сорной примеси выражают в процентах от навески семян и используют для перерасчета масличности чистых семян на засоренные.

7.1.2 Освобожденные от сорных примесей семена переносят в фарфоровую чашку и подсушивают при температуре 100-105 ^{0}C:

-семена подсолнечника - 1 h;
-семена сои - 2 h;
-семена мелкосемянных культур - 1 h;

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

7.1.3 Подсушенные семена тщательно измельчают в механических измельчительных устройствах, в медной или фарфоровой ступке.

Семена подсолнечника измельчают до такой степени, пока ядро не превратится в муку, а лузга не примет вид частиц длиной, не более ¼ длины семени, соевый семена измельчают до прохода частиц через сито с ячейками, размером 0,25 mm.

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. Промасленные ступки частью навески, выделенной для определения масличности, не допускается.

7.1.4 Измельченные семена тщательно перемешивают шпателем и из перемешанной массы берут в экстракционный патрон на аналитических весах навеску – 8-10 g.

Сверху патрона кладут небольшой слой ваты не утрамбовывая пробу, затем края патрона завертывают и помещают его в экстрактор. В экстрактор наливают этиловый эфир, присоединяют чистую взвешенную колбу, холодильник и приступают к экстрагированию.

Продолжительность экстракции семян подсолнечника – 22-24 h, сои-18-20 h, сафлора и мелкосемянных культур – 20-22 h.

Конец экстракции устанавливают по отсутствию жира при пробе на полноту экстракции. Для этого, отсоединив от колбы экстрактор, наносят одну каплю раствора на часовое стекло или на фильтрованную бумагу. После испарения эфира на стекле или на фильтровальной бумаге не должно

BOSHQARISH

оставаться жирного пятна, в противном случае экстракцию продолжают, проверяя полноту извлечения масла через час.

7.1.5 По окончании экстракции отгоняют эфир и сушат масло в сушильном шкафу при температуре 100-105^{0}C до постоянной массы. Первое взвешивание производят через 1-1,5 h, последующие - через 30 min .

В случае повторяющегося дважды увеличения массы, высушивание прекращают и для расчета принимают наименьшую массу.

7.1.6 Одновременно в навеске подсушенных и измельченных семян определяют влажность методом высушивания до постоянной массы при температуре 100-105^{0}C. Первое взвешивание производят через 1 h, последующие – через 30 min.

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

7.2.1 На делителе или способом диагонального деления выделяют около 100-150 g семян арахиса и клещевины. Выделение сорной примеси в бобах арахиса проводят без просеивания навески.

Клещевину просеивают через сито - 3 mm, принятое для определения засоренности. Из семян, оставшихся на сите выбирают минеральные и органические примеси.

Проход через сито и выделенные сорные примеси объединяют и взвешивают.

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

Массы выделенные сорной примеси выражают в процентах от навески семян и используют для перерасчета масличности чистых семян на засоренные.

7.2.2 Освобожденные от сорных примесей семена помещают в фарфоровую чашку и подсушивают в течении 1h при температуре 100-105 ^{0}C. Подсушенные семена измельчают в фарфоровой, медной ступке или в механическом измельчителе. Ступка перед работой должна быть промаслена, как указано в п. 7.1.3.

7.2.3 От измельченных и перемешанных семян берут на аналитических весах навеску 8-10 g в экстракционный патрон, который помещают в экстрактор аппарата и экстрагируют этиловым эфиром в течении 18 h.

По истечении указанного времени патрон вынимают из экстрактора, слегка подсушивают на крышке термостата, затем осторожно раскрывают и навеску (шрот) количественно переносят в небольшую фарфоровую ступку.

К навеске (шроту) прибавляют около 5 g предварительно просеянного, через одномиллиметровое сито, обработанного соляной кислотой и прокаленного кварцевого (или речного) песка. Навеску (шрот) тщательно растирают с песком и количественно переносят в тот же патрон. Патрон

O'ZBEKISTON STANDARTLARI, NORMALARI VA QOIDALARI BO'YICHA AXBOROT

помещают в экстрактор экстракционного аппарата, в котором велась предварительная экстракция, затем экстракцию продолжают еще 6 h.

После этого продолжают экстракцию еще 1-2 h. Далее ход определения такой же, как предусмотрено в п. 7.1.4 и 7.1.5.

7.2.4 Одновременно с определением масличности определяют влажность измельченных семян методом высушивания до постоянной массы при температуре 100-105 ^{0}C.

7.3 **Рефрактометрический метод** (применяют для ускоренного определения масличности подсолнечных семян).

7.3.1 Из средней пробы подсолнечных семян выделяют на делителе или способом диагонального деления 50-60 g семян. Освобождают их от сора (свободное ядро обрушенных подсолнечных семян оставляют в навеске) и подсушивают при температуре 130 ^{0}C примерно 30-40 min до влажности не более 4 %. Затем семена измельчают на лабораторной мельнице, которая должна быть предварительно промаслена, как указано в п. 7.1.3.

7.3.2 Измельченные семена тщательно перемешивают шпателем и из перемешанной пробы берут навески для анализа на масличность и влажность.

Влажность определяют ускоренным методом, высушивая 2g измельченных семян при температуре 130 ^{0}C в течении 20 min.

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

7.3.4 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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA
VA BANDLIK XIZMATI
BOSHQARMASI

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, улучшает резкость и видимость границы светотени. Затем производят отсчет по шкале I и II в зависимости от применяемого растворителя. Если граница светотени находится между двумя какими-то 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.

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

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Содержание жира в освобожденных от сора и подсушенных семенах в процентах (x) при работе с аппаратом Сокслета вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m - m_0) * 100}{m_1} \qquad (1)$$

где: m – масса колбы с маслом, g;

m_0 – масса пустой колбы, g;

m_1 - масса семян, очищенных и подсушенных от минерального и органического сора, g;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA VA SERTIFIKATSIYA
VA DAVLAT GUVOHNOMASI
BOSHQARMASI

Далее полученный результат пересчитывают на сухое вещество в процентах (x_1) по формуле:

$$X_1 = \frac{x * 100}{100 - W} \qquad (2)$$

где W – влажность подсушенных и измельченных семян, определяемая одновременно с масличностью семян, в %;

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

$$X_к = \frac{x_1 * (100 - W_ф) * (100 - C)}{100 * 100} \qquad (3)$$

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

8.3 Содержание жира в процентах ($M_{вл}$) при работе с рефрактометром вычисляют по формуле :

$$M_{вл} = (\alpha + \delta\Delta_\eta) \cdot \Delta_\eta$$

где $M_{вл}$ – содержание жира при влажности измельченных семян в %;

Δ_η - разность между показателями преломления растворителя и раствора;

α- коэффициент, показывающий, какой процент жира приходится на 0,0001 Δ_η при данном растворителе;

δ- постоянная, имеющая следующие значения:
при работе с бромнафталином – 12380;
при работе с хлорнафталином - 16900;

Постоянная δ учитывает отклонения раствора от правила смещения, а также влияние изменения суммарного объёма раствора на величину α. Постоянная δ найдена экспериментальным путем. Она представляет собой отношение приращения величины α к приращению величины Δ_η.

Величину α находят на масложировых предприятиях для определенной зоны, охватывающей ряд областей вначале сезона. Например, величина α может быть найдена для Украины, Казахстана и т .д.

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

O'ZSTANDART AXBOROTI
STANDART AXBOROTI,
MATNLARI O'ZGARTIRILDI
VA QO'SHIMCHALAR
QO'SHILDI

Для определения коэффициента α берут пять проб подсолнечных семян разных сортов, характерных для данной зоны произрастания, выделяют пробы, 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 при определении масличности по рефрактометру.

Величину α вычисляют по формуле:

$$\alpha = \frac{X}{\Delta_\eta} - \delta\,\Delta_\eta$$

где X – содержание жира, определяемое по Сокслету в %;

Значение Δ_η и δ те же, что и в предыдущей формуле.

За окончательный результат принимают среднее значение α из пяти определений.

Для перерасчета масличности на сухое вещество пользуются следующей формулой:

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

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

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

$W_{вл}$ - влажность измельченных семян в %;

9 ДОПУСТИМАЯ ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений 0,5%. Для соевых семян 0,3 %.

9.2 Допускаемое отклонение при контрольных и арбитражных определениях 1 %, а для соевых семян 0,6 %.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH
MUVOFIQLASHTIRISH
VA BAHOLASH BO'LIMI

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

УДК : 633.85:001.4; ОКС 67.200.2
Группа С 29;

Ключевые слова: масличность, экстракционный метод, рефрактометрический метод, выполнение измерений, обработка результатов измерений.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
METROLOGIYA
VA SIFAT MUVOFIQLIGI
BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Председатель ассоциации
предприятий пищевой
промышленности

_____ А.Х. Салимов
«28» 03 2012г.

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

_____ О.О. Зуфаров
«26» 03 2012г.

Директор ООО «Yog´ tahlil servis»

_____ Н.Ш. Шарипов
«19» 03 2012г.

СОГЛАСОВАНО:

Генеральный директор
ОАО «Тошкент ёг-мой комбинати»

№ 384/08 Б.С.Нуритдинов
«25» 03 2012г.