

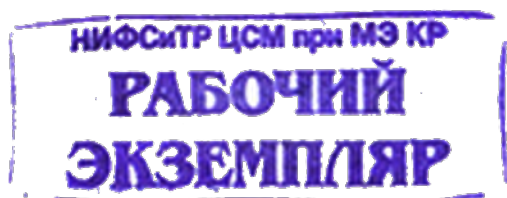


МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 9289—
2016

ШРОТЫ

Определение свободного остаточного гексана



(ISO 9289:1991, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 12404
1 июля 2016 г.



Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и 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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. №49-2016)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9289:1991 «Шроты. Определение свободного остаточного гексана» («Oilseed residues - Determination of free residual hexane», IDT)

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

ШРОТЫ

Определение свободного остаточного гексана

Oilseed residues. Determination of free residual hexane

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свободного остаточного гексана в шротах из масличных семян после экстракции углеводородными растворителями.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 5500:1986 Oilseed residues — Sampling (Жмыхи и шроты. Отбор проб)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением.

3.1 **свободный остаточный гексан (free residual hexane)**: Массовая доля летучих углеводородов, под общим названием *гексан*, оставшихся в шроте после экстракции углеводородными растворителями, которая десорбируется непосредственно нагреванием при 80 °С без добавления воды.

Примечание — Содержание выражается в миллиграммах н-гексана на килограмм образца, млн^{-1} (мг/кг).

4 Сущность метода

Десорбция гексана нагреванием при 80 °С в закрытом сосуде после добавления внутреннего стандарта. Определение содержания гексана в свободном пространстве над пробой методом газовой хроматографии с использованием насадочных или капиллярных колонок.

5 Реактивы и материалы

Используют только реактивы известной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

5.1 Технический гексан или легкий петролейный эфир, схожий по составу с гексаном, используемым для промышленной экстракции масличных семян, или, в случае отсутствия, н-гексан.

Примечание — Для калибровки рекомендуется использовать технический гексан. Этот реактив обычно содержит более 50 % (по массе) н-гексана и состоит в основном из C_6 — изомеров.

5.2 Внутренний стандарт: используют либо 5.2.1, либо 5.2.2.

Примечание — Если технический гексан, используемый для экстракции или калибровки, содержит значительные количества циклогексана, в качестве внутреннего стандарта применяют н-гептан.

5.2.1 Циклогексан.

5.2.2 Н-гептан.

5.3 Газ-носитель, например, водород, азот, гелий и т.д., тщательно высушенный, с содержанием кислорода менее 10 млн^{-1} (мг/кг).

5.4 Вспомогательные газы.

5.4.1 Водород, 99,9 % чистоты, свободный от органических примесей.

5.4.2 Воздух, свободный от органических примесей.

5.5 Для калибровки используют шроты, такого же происхождения, что и анализируемый образец, с содержанием технического гексана не более 70 млн^{-1} (мг/кг). Если содержание гексана превышает указанное значение, его снижают, рассыпая шрот тонким слоем и оставляя на открытом воздухе в течение нескольких часов.

Промышленные шроты обычно имеют содержание влаги от 12 % (по массе) до 14 % (по массе). Если образцы имеют различную влажность, необходимо выполнять калибровку с помощью шротов, имеющих такое же содержание влаги, как и образец.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в том числе, нижеперечисленное.

6.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и интегратором и/или регистратором, снабженный либо

а) насадочной стеклянной колонкой, около 2 м длиной и внутренним диаметром приблизительно 3,2 мм, заполненной промытой кислотой диатомовой землей с размером частиц от 150 мкм до 180 мкм (пригоден Хромосорб Р NAW 60—80 меш¹⁾) и покрытой 10 % скваланом или метилполисилоксаном (пригоден SE 30¹⁾), или

б) капиллярной колонкой, длиной около 30 м и внутренним диаметром 0,3 мм, покрытой метилполисилоксаном (пригоден SE 30¹⁾) с толщиной пленки 0,2 мкм.

Температура инжектора и детектора должна быть установлена около 120 °С, а температура печи — около 40 °С. Давление газа-носителя должно быть примерно 0,3 бар (30 кПа).

Если используется капиллярная колонка, прибор должен иметь сплит-систему инъекции 1/100.

Примечание — Для серийных анализов рекомендуется использовать газовый хроматограф с автоматической инъекцией образца и нагревательной баней.

6.2 Нагревательная баня, снабженная зажимами для закрепления флаконов, обеспечивающая термостатирование при $80 \text{ °С} \pm 2 \text{ °С}$ и поддержание постоянной температуры до $\pm 0,1 \text{ °С}$.

Примечание — Для продолжительной работы рекомендуется в качестве теплоносителя использовать глицерин.

6.3 Газовый шприц, вместимостью 1 см^3 .

6.4 Флаконы с пробками (6.5), вместимостью $20 \text{ см}^3 \pm 2 \%$.

6.5 Пробки, инертные по отношению к гексану, приблизительно 3 мм толщиной, изготовленные из такого материала, как нитрильный каучук (например, Пербунан²⁾), или бутилкаучук, с прослойкой из политетрафторэтилена или полихлоропрена (например, Неопрен²⁾).

Необходимо убедиться, что используемые пробки обеспечивают герметичность после обжима.

Примечание — Пробки часто имеют очень высокую механическую прочность; если предполагают, что можно повредить иглу газового шприца при прокалывании пробки, то предварительно прокалывают ее булавкой, прежде чем отбирать образец из свободного пространства. Повторно использовать пробки не рекомендуется.

6.6 Металлические крышки из фольги, например, из алюминия.

6.7 Обжимные клещи для укупоривания пробок.

6.8 Жидкостные шприцы, вместимостью 10 мм^3 .

¹⁾ Хромосорб Р NAW 60/80, SE 30. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого продукта.

²⁾ Пербунан и Неопрен. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого продукта.