|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  **13979.5–**  *(проект, RU,*  *первая*  *редакция)* |

**Жмыхи, шроты и горчичный порошок**

**Метод определения металлопримесей**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

# Минск

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202**

**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 общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 202 г. № )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК  (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166)  004–97 | Сокращенное наименование  национального органа  по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13979.5–68

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

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-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

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **Жмыхи, шроты и горчичный порошок**  **Метод определения металлопримесей**  Oilseed residues and mustard powder  **Method of d**etermination of metal impurities |

**Дата введения –**

1. **Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи, шроты и горчичный порошок, получаемые при переработке масличных семян, и устанавливает метод определения массовой доли металлопримесей.

1. **Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17809 Материалы магнитотвердые литые. Марки

ГОСТ 21314 Масла растительные. Производство. Термины и определения

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 5500 Жмыхи и шроты. Отбор проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1. **Термины и определения**

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 21314, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **металлопримеси:** Металлические частицы, притягивающиеся магнитом, внесенные с семенами или попавшие в продукт в процессе переработки этих семян.

1. **Сущность метода**

Метод основан на извлечении металлопримесей из пробы продукта магнитом или электромагнитом и последующем гравиметрическом определении их массы, а также наличия или отсутствия частиц металлопримесей, превышающих нормируемый размер.

1. **Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы**

- весы неавтоматического действия высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 1 г;

- весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г;

- шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (105 ± 2) °С;

- магнит постоянный подковообразный из сплава марки ЮНДК по ГОСТ 17809 с магнитной индукцией не менее 120 мТл и/или магнитный сепаратор с магнитной индукцией не менее 120 мТл;

- сетка измерительная со стороной квадратов 0,3 мм (для горчичного порошка) и 2 мм (для жмыхов и шротов) и/или лупа измерительная с ценой деления 0,1 мм;

- тигель низкий 3 (4) по ГОСТ 9147;

- стекло часовое;

- палочка стеклянная оплавленная;

- бумага белая;

- стаканы В-1–50 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже указанных, вспомогательного оборудования, посуды с техническими характеристиками не хуже указанных, а также материалов соответствующего качества.

1. **Отбор проб**

Отбор проб:

- жмыхов и шротов – по ГОСТ 13979.0, ГОСТ ISO 5500;

- горчичного порошка – по ГОСТ 13979.0.

1. **Проведение испытания**

Пробу испытуемого продукта массой (500 ± 5) г для кормовых шротов и жмыхов и (1000 ± 5) г для пищевых шротов и горчичного порошка взвешивают с записью результата до целых чисел и распределяют тонким слоем (не выше 0,5 см) на чистом сухом стекле или другой гладкой неметаллической поверхности.

Металлопримеси извлекают путем проведения полюсами магнита в слое продукта в двух взаимно перпендикулярных направлениях таким образом, чтобы вся проба покрылась бороздками без промежутков.

Притянутые к магниту частицы осторожно снимают на часовое стекло или лист белой бумаги, проверяя полюса магнита через лупу. После этого пробу тщательно перемешивают, разравнивают и снова таким образом извлекают примеси магнитом. Операцию повторяют 3 раза.

Извлечение металлопримесей также разрешается осуществлять с помощью лабораторного магнитного сепаратора. Процедуру производят в соответствии с инструкцией к устройству.

Все извлеченные примеси помещают в стеклянный стакан с водой (около 30 см3).

Ко дну стакана с наружной стороны подводится магнит. Частицы металла удерживают магнитом на дне, а всплывшие белковые частицы удаляют из стаканчика вместе с водой. Промывку осадка повторяют трижды (по 20–30 см3). Очищенные частички металла высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 15 мин, охлаждают, переносят на предварительно взвешенное до четвертого десятичного знака часовое стекло, и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

При оперативном контроле допускается не проводить дополнительную отмывку извлеченных металлопримесей, а осматривать их с помощью лупы на листе гладкой (лучше глянцевой) белой бумаги. Частицы, вызывающие сомнение, помещают в тигель и раздавливают оплавленной стеклянной палочкой. Затем, высыпав их на бумагу, притягивают примеси магнитом. Объединяют все извлеченные металлопримеси и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

Наиболее крупные частицы выделенных металлопримесей переносят на измерительную сетку и рассматривают под лупой, соотнося размеры частиц в наибольшем линейном измерении со стороной квадрата измерительной сетки. Результат измерения записывают в мм. Для измерения размеров частиц разрешается также использовать измерительную лупу.

1. **Обработка результатов**

8.1 Массовую долю металлопримесей в жмыхах и шротах *X*, вычисляют по формулам:

– при выражении результата в процентах

, (1)

– при выражении результата в мг/кг (млн-1)

, (2)

где *m* –масса часового стекла с примесями, г;

*m*1 – масса часового стекла, г;

1000 – коэффициент перевода результата в миллиграммы.

0,78 – коэффициент, учитывающий неполное извлечение металлопримеси из пробы.

8.2 Количество металлопримесей в горчичном порошке *Х*1,мг/кг, вычисляют по формуле

(3)

где – масса часового стекла с примесями, г;

– масса часового стекла, г;

1000 – коэффициент перевода результата в миллиграммы.

8.3 Если массовая доля металлопримесей незначительно превышает нормируемое значение или при возникновении разногласий определение повторяют еще два раза из той же объединенной пробы, отобранной как указано в ГОСТ 13979.0 или ГОСТ ISO 5500.

За окончательный результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, полученных на стадии отмывки частиц металлопримесей от белковых частиц.

8.4 Если в испытуемой пробе попадается только одна частица металла, размер которой больше допускаемой нормы, указанной в стандарте на продукцию, то повторяют отбор проб и вновь проводят определение.

После повторного нахождения частицы металла размером больше нормируемого, продукт приемке не подлежит.

Если два определения дают противоположные результаты, то пробу отбирают в третий раз и результат последнего определения считают окончательным.

1. **Метрологические характеристики метода**

**9.1 Погрешность единичного определения**

– для результатов, нормируемых в процентах – 0,0001 %,

– для результатов, нормируемых в мг/кг:

в диапазоне до 3 мг/кг – 1,0 мг/кг;

» » от 3,1 мг/кг до 7 мг/кг – 1,6 мг/кг;

» » от 7,1 мг/кг до 10 мг/кг – 2,3 мг/кг.

**9.2 Предел повторяемости**

Абсолютное расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых объектах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности *Р* = 0,95, не должно превышать предел повторяемости *r* равный

– для результатов, нормируемых в процентах – 0,0001 %,

– для результатов, нормируемых в мг/кг:

в диапазоне до 3 мг/кг – 0,7 мг/кг;

» » от 3,1 мг/кг до 7 мг/кг – 1,1 мг/кг;

» » от 7,1 мг/кг до 10 мг/кг – 1,6 мг/кг.

**9.3** **Предел** **воспроизводимости**

Абсолютное расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности *Р* = 0,95, не должно превышать предел воспроизводимости *R*равный

– для результатов, нормируемых в процентах – 0,0002 %,

– для результатов, нормируемых в мг/кг:

в диапазоне до 3 мг/кг – 1,4 мг/кг;

» » от 3,1 мг/кг до 7 мг/кг – 2,2 мг/кг;

» » от 7,1 мг/кг до 10 мг/кг – 3,2 мг/кг.

УДК 633.63:006.354 МКС 65.120, 67.200.20

Ключевые слова: жмыхи, шроты, горчичный порошок, магнит, металлопримеси, измерительная сетка, методы отбора проб, условия проведения измерений, проведение испытания, обработка результатов

|  |  |
| --- | --- |
|  | |
| Директор ВНИИЖиров | А.Н. Лисицын |
|  |  |
| Зав. научно-исследовательским отделом стандартизации | Ф.П. Носовицкая |