



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۴۱۵

تجدید نظر اول

۱۴۰۲

INSO

415

1st Revision

2024

Identical with
ISO 734:2023

کنجاله دانه‌های روغنی – اندازه‌گیری مقدار
روغن – روش استخراج با هگزان (یا پترولیوم
اتر)

**Oilseed meals — Determination of oil
content — Extraction method with hexane
(or light petroleum)**

ICS: 67.200.20

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیردولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کنجاله دانه‌های روغنی - اندازه گیری مقدار روغن - روش استخراج با هگزان (یا پترولیوم اتر)»

رئیس:

گلمکانی، محمدتقی
(دکتری علوم و مهندسی صنایع غذایی)

دبیر:

برکت، محمد
(دکتری شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

خلیفه‌زاده، مینا
(کارشناسی علوم و مهندسی صنایع غذایی)

دیبایی میلانی، سیدرضا
(کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)

شواخی، فروغ
(دکتری علوم و صنایع غذایی)

صفایی، زینب
(کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)

کاظم زاده، مرزا
(کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)

کریمی، طاهر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کلانتری، فرانک
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

مردانی، ماریه
(دکتری علوم و مهندسی صنایع غذایی)

محمودیان، فرشته
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

هیات علمی دانشگاه شیراز - دانشکده کشاورزی

اداره کل استاندارد استان بوشهر

گروه صنایع غذایی حام (سهامی خاص)

گروه صنعتی نجاتی (سهامی خاص)

موسسه تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی

شرکت بازرسی فنی شاخه زیتون لیان (سهامی خاص)

انجمن صنفی صنایع روغن نباتی ایران

شرکت صنعت غذایی کوروش

شرکت صنعتی بهشهر (سهامی عام)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

دانشگاه پیام نور مرکز بوشهر

ویراستار:

نوربخش، رویا
(دکتری سم شناسی)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه استاندارد - مدیریت ارزیابی ریسک

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ واکنشگرها
۲	۶ وسایل
۴	۷ نمونه‌برداری
۴	۸ آماده‌سازی آزمایه
۴	۹ روش آزمون
۴	۹-۱ تعداد اندازه‌گیری‌ها
۵	۹-۲ آزمون
۵	۹-۳ خشک کردن اولیه
۵	۹-۴ اندازه‌گیری
۷	۱۰ بیان نتایج
۷	۱۱ دقت
۷	۱۱-۱ آزمون بین آزمایشگاهی
۷	۱۱-۲ تکرارپذیری (r)
۸	۱۱-۳ تجدیدپذیری (R)
۸	۱۲ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) نتایج آزمون بین آزمایشگاهی
۱۰	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «کنجاله دانه‌های روغنی - اندازه‌گیری مقدار روغن - روش استخراج با هگزان (یا پترولیوم اتر)» که نخستین‌بار در سال ۱۳۹۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و نهصد و نودمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع غذایی مورخ ۱۴۰۲/۱۲/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۵ : سال ۱۳۹۶ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 734: 2023, Oilseed meals- Determination of oil content- Extraction method with hexane (or light petroleum).

مقدمه

استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۹۳ روشی برای تعیین مقدار روغن در دانه‌های روغنی به عنوان روش مرجع مشخص شده است. این استاندارد برای کنترل تولید روغن، به منظور اندازه‌گیری مقدار روغن در کنجاله دانه‌های روغنی مشخص شده است.

کنجاله دانه‌های روغنی - اندازه‌گیری مقدار روغن - روش استخراج با هگزان (یا پترولیوم اتر)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار روغن قابل استخراج با هگزان (یا پترولیوم اتر) از کنجاله‌ها تحت عنوان "مقدار روغن" بدست آمده از استخراج روغن از دانه های روغنی با فشار یا با استفاده از حلال‌ها است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری ترکیباتی که با کنجاله ترکیب شده (محصولات ترکیبی پیچیده)^۱ کاربرد ندارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 771, Oilseed meals – Determination of moisture and volatile matter content

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۱: سال ۱۴۰۱، کنجاله دانه های روغنی - تعیین مقدار رطوبت و مواد فرار - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 771: 2021 تدوین شده است.

2-2 ISO 5502, Oilseed residues – Preparation of test samples

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۴۳۶۰: سال ۱۳۷۷، آماده‌سازی آزمایش در کنجاله دانه‌های روغنی، با استفاده از استاندارد ISO 5502: 1992 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:^۲

1- Excluding compounded products

۲- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل دسترسی است.

۱-۳

مقدار روغن

oil content

تمام مواد استخراج شده که تحت شرایط عملیاتی خاص از محصول به دست آمده است.

یادآوری ۱- منظور از شرایط عملیاتی، آنهایی است که در این استاندارد مشخص شده است.

یادآوری ۲- برحسب درصد جرمی بیان می شود.

یادآوری ۳- مقدار روغن را می توان برحسب نسبت ماده خشک بیان کرد.

۴ اصول آزمون

آزمونه حاصل از فراورده در یک دستگاه مناسب با هگزان صنعتی^۱ یا در صورت عدم دسترسی، با پترولیوم اتر استخراج می شود. سپس حلال جدا شده و ماده استخراجی به دست آمده توزین می شود.

۵ واکنشگرها

فقط از واکنشگرهایی با درجه خلوص آزمایشگاهی استفاده کنید، مگر آن که به روش دیگری درجه خلوص آنها مشخص شده باشد.

۱-۵ هگزان صنعتی، هگزان نرمال^۲ یا پترولیوم اتر

اساساً از هیدروکربن هایی با شش اتم کربن تشکیل شده اند که کمتر از ۵٪ (حجمی/حجمی) در دمای کمتر از ۴۰ °C و بیشتر از ۹۵٪ (حجمی/حجمی) بین ۴۰ °C تا ۶۰ °C یا بین ۵۰ °C تا ۷۰ °C تقطیر می شوند و دارای عدد برمی^۳ کمتر از ۱ است. باقیمانده حاصل از تبخیر کامل، نباید از ۲ mg در ۱۰۰ ml تجاوز کند.

۶ وسایل

هشدار- تمام جریان برگشتی^۴ یا جوشاندن حلال باید در یک هود شیمیایی انجام شود تا کارکنان کمتر در معرض بخارهای حلال قرار گیرند.

علاوه بر تجهیزات معمول آزمایشگاهی، وسایل زیر نیز باید مورد استفاده قرار گیرد.

۱-۶ آسیاب مکانیکی که به راحتی تمیز شده و اجازه می دهد تا کنگاله ها بدون گرم شدن و تغییر محسوس در مقدار رطوبت، مواد فرار و روغن آسیاب شوند، به گونه ای که ذرات به دست آمده به شکل کامل از

1- Technical hexane

2- n-hexane

3- Bromine number

در شیمی عدد برمی، مقدار برم بر حسب گرم است که توسط ۱۰۰ گرم نمونه جذب می شود.

4- Reflux

الک با روزنه ۱ mm عبور کنند.

۶-۲ ریز آسیاب مکانیکی از نوع دانگوما^۱ با قابلیت تولید کنجاله دانه‌های روغنی آسیاب‌شده با اندازه ذرات کوچک‌تر از ۱۶۰ μm می‌باشد، به استثنای «پوسته» که ذرات آن ممکن است به ۴۰۰ μm برسد.

در آزمایشگاه‌هایی که ریز آسیاب در دسترس نیست، ریز آسیاب کردن نمونه آسیاب شده (به زیربند ۹-۴-۳ مراجعه شود) را می‌توان با روش ساییدن نمونه درون هاون، با افزودن حدود ۱۰ g شن که به‌وسیله اسید هیدروکلریک شسته شده و سپس آهکی شده است، انجام داد. با این حال، آسیاب کردن در هاون را نمی‌توان برای آزمون‌های متعدد به کار برد، زیرا خستگی کاربر مانع از آسیاب کردن نمونه‌های متعدد به شکل کارآمد می‌شود و استخراج روغن از یک نمونه آسیاب شده درشت، هرگز به‌طور کامل انجام نمی‌شود.

۶-۳ انگشتانه استخراج^۲ و پنبه خام^۳، یا کاغذ صافی^۴، یا پشم شیشه^۵ عاری از ماده قابل حل در هگزان یا پترولیوم اتر.

۶-۴ دستگاه مناسب استخراج مجهز به بالن با گنجایش ۲۰۰ ml تا ۲۵۰ ml.

یادآوری- استخراج‌کننده‌های یک‌سویه مانند بات^۶، اسمالی^۷، توپسلمن^۸، بولتمن-ویلیامز^۹ مناسب هستند^{۱۰}. استفاده از سایر استخراج‌کننده‌ها، مشروط به تایید نتایج مناسب بودن دستگاه و آزمون با یک ماده استاندارد با محتوای روغن مشخص می‌باشد.

۶-۵ تبخیر کننده دوار^{۱۱}، حمام حرارتی الکتریکی (به عنوان مثال حمام شن، حمام آب) یا صفحه داغ^{۱۲} دستگاه مورد استفاده باید برای کار با حلال‌هایی که قابلیت اشتعال دارند، مناسب باشد.

۶-۶ آون حرارتی الکتریکی دارای کنترل‌کننده دمپا^{۱۳}، اجازه تهویه یا دستیابی به فشار کاهش‌یافته، با قابلیت استفاده در دمای $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$.

دستگاه مورد استفاده باید برای کار با حلال‌هایی که قابلیت اشتعال دارند، مناسب باشد.

۱- ریز آسیاب مکانیکی دانگوما نمونه‌ای از آسیاب مناسب موجود در بازار است. این اطلاعات برای سهولت یا کاربران این استاندارد ارائه شده است و به منزله تاییدیه این استاندارد برای محصول نامگذاری شده نیست.

2- Extraction thimble

3- Cotton wool

4- Filter paper

5- Glass wool

6- Butt

7- Smalley

8- Twisselmann

9- Bolton-Williams

۱۰- استخراج‌کننده‌های یک‌سویه بات، اسمالی، توپسلمن، بولتمن-ویلیامز نمونه‌های تجاری از دستگاه‌های مناسب موجود در بازار هستند. این اطلاعات برای سهولت کاربران این استاندارد ارائه شده‌است و به منزله تاییدسازمان ملی استاندارد برای محصول نام برده نیست.

11- Rotary evaporator

12- Hot plate

13- Thermostatic

۶-۷ دسیکاتور (خشکانه)

دارای یک ماده خشک‌کننده مؤثر

۶-۸ سنگ جوش

ذراتی کوچک که از قبل در آون با دمای $^{\circ}\text{C}$ (2 ± 103) خشک شده و در دسیکاتور (خشکانه) خنک شده‌اند.

۶-۹ ترازوی آزمایشگاهی

با قابلیت توزین با تقریب 0.001 g .

۷ نمونه‌برداری

نمونه ارسال شده به آزمایشگاه، باید نمایانگر نمونه واقعی باشد و نباید در حین انتقال یا انبارش، آسیب‌دیده یا تغییر کند.

نمونه‌برداری، جزئی از روش مشخص شده در این استاندارد ملی نمی‌باشد. روش نمونه‌برداری قابل توصیه در استاندارد ISO 5500 ارائه شده است.

۸ آماده‌سازی آزمایش^۱

۸-۱ آزمایش را مطابق استاندارد ISO 5502 آماده‌سازی کنید.

۸-۲ در صورت نیاز، آزمایش را در آسیاب مکانیکی (طبق زیربند ۶-۱) که از قبل به خوبی تمیز شده، آسیاب کنید. ابتدا حدود یک بیستم از نمونه را برای تمیز کردن کامل آسیاب به کار ببرید و نمونه پودر شده را دور بریزید. سپس بقیه نمونه را آسیاب کرده، نمونه پودر شده را جمع‌آوری و با دقت مخلوط کنید و بدون تاخیر آزمون را انجام دهید.

۹ روش آزمون

۹-۱ تعداد اندازه‌گیری‌ها

در صورت نیاز به کنترل تکرارپذیری (طبق زیربند ۱۱-۲)، دو اندازه‌گیری مجزا را مطابق با زیربندهای ۹-۲ تا ۹-۴ انجام دهید.

۲-۹ آزمون

۱-۲-۹ حدود ۱۰ g از آزمایش را با تقریب ۰/۰۰۱ g وزن کنید (به زیربند ۲-۸ مراجعه کنید).

۲-۲-۹ این آزمون را به انگشتانه استخراج (طبق زیربند ۳-۶) انتقال داده و انتهای آن را با یک لایه از پنبه خام یا پشم شیشه (طبق زیربند ۳-۶) ببندید. در صورت استفاده از کاغذ صافی، آزمون را در آن بیچید (به زیربند ۲-۸ مراجعه شود).

۳-۹ خشک کردن اولیه

در صورت مرطوب بودن زیاد آزمون [مقدار رطوبت و مواد فرار بیش از ۱۰٪ (کسر جرمی)]، انگشتانه استخراج پر شده را برای مدتی در آونی با دمای حداکثر ۸۰ °C، نگهداری کنید تا رطوبت و مواد فرار آن به کمتر از ۱۰٪ (کسر جرمی) کاهش یابد.

به عنوان جایگزین برای روش خشک کردن اولیه، که در بالا شرح داده شده است، آزمون (به زیربند ۱-۲-۹ مراجعه شود) را در ظرف مناسب ریخته و هر ۵ g ماده آسیاب شده را با ۲ g تا ۳ g سولفات سدیم بی آب با خلوص آزمایشگاهی مخلوط کنید. همان طور که در زیربندهای ۲-۲-۹ و ۴-۹-۹ نشان داده شده است، ادامه دهید.

۴-۹ اندازه گیری

۱-۴-۹ آماده سازی بالن

بالن دستگاه استخراج (طبق زیربند ۴-۶) حاوی یک یا دو عدد سنگ جوش (طبق زیربند ۸-۶) را با تقریب ۱ mg توزین نمایید.

۲-۴-۹ استخراج اولیه

انگشتانه (طبق زیربند ۳-۶) حاوی آزمون را در دستگاه استخراج (طبق زیربند ۴-۶) قرار دهید. حلال (طبق زیربند ۱-۵) را به مقدار لازم در بالن بریزید. بالن را بر روی حمام حرارتی الکتریکی یا صفحه داغ (طبق زیربند ۵-۶) دستگاه استخراج قرار دهید. حرارت دهی را به گونه ای تنظیم کنید که سرعت جریان برگشتی (رفلاکس) حداقل سه قطره در ثانیه (جوش متوسط، نه شدید) باشد.

پس از ۴ h استخراج، اجازه دهید تا خنک شود. انگشتانه را از دستگاه استخراج خارج کرده و در جریان هوا قرار دهید تا قسمت بیشتری از حلال باقی مانده از آن جدا شود.

۳-۴-۹ استخراج ثانویه

محتویات انگشتانه را در ریزآسیاب (طبق زیربند ۲-۶) ریخته و تا حد امکان آسیاب کنید. سپس مخلوط را به داخل انگشتانه برگردانده و دوباره انگشتانه را در دستگاه استخراج قرار دهید. برای ۲ h دیگر مجدداً عمل

استخراج را انجام داده و ماده استخراجی را در همان بالنی که حاوی ماده استخراج اولیه است، جمع‌آوری کنید.

محللول به‌دست آمده در بالن استخراج باید شفاف باشد. در غیر این‌صورت، آن را توسط یک کاغذ صافی، صاف کرده، و محللول زیر صافی را در بالن دیگری که قبلاً خشک و توزین شده، جمع‌آوری کنید، سپس بالن اولیه و کاغذ صافی را چندین بار با استفاده از همان حلال شستشو دهید.

۴-۴-۹ جداکردن حلال و توزین ماده استخراج‌شده

قسمت بیشتری از حلال را با استفاده از تبخیرکننده چرخشی^۱ یا تقطیر بر روی حمام الکتریکی یا صفحه داغ (طبق زیربند ۵-۶) از بالن جدا کنید.

یادآوری - تبخیرکننده چرخشی، کارکنان را کمتر در معرض بخارات حلال قرار داده و اجازه می‌دهد که حلال‌ها به‌جای ورود به اتمسفر، به‌درستی دور ریخته شوند.

به‌وسیله حرارت دادن بالن به مدت زمان ۲۰ min درون آون الکتریکی (طبق زیربند ۶-۶) که در دمای 103°C تنظیم شده است، باقی‌مانده حلال را خارج کنید.

در مورد کنجاله‌های غنی از اسیدهای چرب فرار (کنجاله‌های حاصل از نارگیل خشک شده، هسته پالم و غیره)، عمل خشک کردن عصاره باید در فشار اتمسفر و حداکثر دمای 80°C انجام شود.

جداکردن حلال را می‌توان بوسیله دمیدن هوا یا ترجیحاً با استفاده از یک گاز خنثی (مانند نیتروژن یا دی اکسید کربن) در بالن، برای مدت زمان کوتاه یا بوسیله کاهش فشار درون بالن، انجام داد.

در موارد خشک‌کردن کامل یا نیمه خشک‌کردن کنجاله دانه‌های روغنی، بهتر است جداکردن حلال باقی‌مانده، از طریق خشک کردن تحت فشار کاهش‌یافته انجام شود.

اجازه دهید بالن حداقل به مدت ۱ h ساعت در دسیکاتور (طبق زیربند ۶-۷)، تا رسیدن به دمای محیط خنک شود و سپس با تقریب ۱ mg آن را وزن کنید.

دوباره بالن را به مدت ۱۰ min تحت شرایط مشابه حرارت دهید. اجازه دهید تا بالن خنک شده و دوباره توزین کنید.

تفاوت بین دو توزین نباید بیشتر از ۱۰ mg باشد. در غیراین صورت، حرارت‌دهی را برای مدت زمان ۱۰ min تکرار کرده، پس از خنک کردن وزن کنید تا اختلاف بین دو توزین متوالی از ۱۰ mg بیشتر نشود. در انتها وزن نهایی بالن را یادداشت نمایید.

۱۰ بیان نتایج

۱-۱۰ مقدار روغن بر حسب درصدی از کسر جرمی محصول دریافت شده (w) بیان می‌شود و از طریق فرمول (۱) محاسبه می‌شود:

$$w = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

m_0 جرم نمونه بر حسب گرم (به زیربند ۹-۲-۱ مراجعه شود)؛

m_1 جرم ماده استخراج شده پس از خشک کردن بر حسب گرم (به زیربند ۹-۴-۴ مراجعه شود)،

نتیجه را با یک رقم اعشار بیان کنید.

۲-۱۰ بنا به ضرورت، مقدار روغن را می‌توان بر حسب کسر جرمی، بصورت درصد ماده خشک، (w_D) بیان کرد. سپس مطابق با فرمول (۲) محاسبه نمایید:

$$w_D = w \times \frac{100}{100 - w_M} \quad (2)$$

که در آن:

w کسر جرمی، بر حسب درصد از روغن استحصال شده موجود در فراورده است (که طبق زیربند ۱۰-۱ محاسبه می‌شود)؛

w_M کسر جرمی، بر حسب درصد رطوبت و مواد فرار است که مطابق با روش تعیین شده در استاندارد ISO 771 اندازه گیری می‌شود.

۱۱ دقت

۱-۱۱ آزمون بین آزمایشگاهی

جزئیات دقت مربوط به آزمون بین آزمایشگاهی، در پیوست الف به صورت خلاصه بیان شده است. مقادیر حاصل از انجام این آزمون بین آزمایشگاهی لزوماً برای محدوده غلظت و مواد دیگر به جز آن‌ها که در پیوست الف بیان شده است، کاربرد ندارد.

۲-۱۱ تکرارپذیری (r)

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل که با استفاده از روش یکسان بر روی نمونه یکسان در یک آزمایشگاه توسط همان آزمونگر با استفاده از تجهیزات یکسان در یک فاصله زمانی کوتاه به دست آمده است، نباید بیش از ۵٪ موارد، از مقدار حد تکرارپذیری (r) داده شده در جدول (۱) تجاوز کند.

۳-۱۱ تجدیدپذیری (R)

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل، که با استفاده از روش یکسان بر روی نمونه یکسان در آزمایشگاه‌های مختلف توسط آزمونگرهای مختلف و با استفاده از تجهیزات مختلف به دست می‌آید، نباید بیش از ۵٪ موارد از مقدار حد تجدیدپذیری (R) ارائه شده در جدول (۱) تجاوز کند.

جدول ۱- حدود تکرارپذیری و تجدیدپذیری

نمونه	عدد میانگین مقدار روغن (کسر جرمی) %	r (کسر جرمی) %	R (کسر جرمی) %
کنجاله کلزا	۰ تا ۵	۰٫۳	۱٫۱
کنجاله‌های سویا و آفتابگردان	۰ تا ۵	۰٫۲	۰٫۷

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل آگاهی‌های زیر باشد:

۱-۱۲ کلیه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

۲-۱۲ روش نمونه‌برداری مورد استفاده، در صورت شناخته شده بودن؛

۳-۱۲ روش آزمون مورد استفاده، با ارجاع به این استاندارد؛

۴-۱۲ تمام عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده‌اند، یا به صورت اختیاری در نظر گرفته شده‌اند، همراه با جزئیات از هر اتفاقی که می‌تواند بر نتایج آزمایش اثر بگذارد؛

۵-۱۲ نتیجه(های) آزمون به دست آمده و حلال مورد استفاده، تعیین دقیق مقدار روغن موجود در محصول بر مبنای نسبت ماده تر یا نسبت ماده خشک؛

۶-۱۲ اگر تکرارپذیری بررسی شده باشد، نتیجه نهایی که به دست آمده؛

۷-۱۲ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

نتایج آزمون بین آزمایشگاهی

یک آزمون مشترک بین المللی در سال ۱۹۹۴ توسط مؤسسه (BAGKF آلمان)^۱ شامل ۱۳ آزمایشگاه برگزار شد و هر آزمایشگاه، هریک از نمونه‌ها را دوبار مورد آزمون قرار داد.

این آزمون بر روی سه نمونه انجام شد:

– کنجاله کلزا؛

– کنجاله سویا؛

– کنجاله آفتابگردان.

نتایج به‌دست‌آمده طبق با استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ و ISO 5725-2 مورد تجزیه و تحلیل آماری قرار گرفتند که داده‌های دقیق به‌دست آمده از آن در جدول الف-۱ ارائه شده است.

جدول الف-۱- نتایج حاصل از آزمون بین آزمایشگاهی

نمونه			شاخص
کنجاله آفتابگردان	کنجاله سویا	کنجاله کلزا	
۱۳	۱۳	۱۳	تعداد آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده
۱۳	۱۲	۱۲	تعداد آزمایشگاه‌های پذیرفته‌شده پس از حذف داده‌های پرت
۲۶	۲۴	۲۴	تعداد نتایج آزمون در کل آزمایشگاه‌ها
۳/۰۴	۱/۳۰	۳/۸۴	میانگین مقدار روغن [برحسب درصد کسر جرمی]
۰/۰۵	۰/۰۶	۰/۰۹	انحراف استاندارد تکرارپذیری، S_r
۱/۷	۴/۶	۲/۴	ضریب انحراف استاندارد تکرارپذیری (%)
۰/۱۵	۰/۱۷	۰/۲۶	حد تکرارپذیری، $r = (2/8 S_r)$
۰/۲۴	۰/۲۰	۰/۳۸	انحراف استاندارد تجدیدپذیری، S_R
۷/۸	۱۵/۱	۱۰/۰	ضریب انحراف استاندارد تجدیدپذیری (%)
۰/۶۶	۰/۵۵	۱/۰۷	حد تجدیدپذیری، $R = (2/8 S_R)$

کتابنامه

[1] ISO 659, Oilseeds – Determination of oil content (Reference method)

[2] ISO 5500, Oilseed residues – Sampling

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۳۳۱: سال ۱۳۹۳، کنجاله دانه های روغنی - نمونه برداری، با استفاده از استاندارد ISO 5500: 1984 تدوین شده است.

[۳] استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۱: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری- قسمت ۱: تعاریف و اصول کلی

[4] ISO 5725-2:1993, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲: سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری-قسمت ۲: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری روش اندازه گیری استاندارد، با استفاده از ISO 5725-2:2019 تدوین شده است.