МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ ХЛОПКОВЫЕ

Метод определения свободного госсипола

Cottonseed oilcakes and oilmeals.
Determination of free gossypol content

ГОСТ 13979.11—83

Взамен ГОСТ 13979.11—69

ОКСТУ 9146

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 октября 1983 г. № 5000 срок действия установлен

с 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи и шроты, получаемые при переработке хлопковых семян, и устанавливает метод определения в них массовой доли свободного госсипола в интервале значений измеряемой величины от 0,003 до 0,1 %.

Сущность метода состоит в экстракции свободного госсипола из анализируемого продукта с массовой долей влаги не более 7 % безводным ацетоном и последующем количественном определении госсипола в виде дианилингоссипола фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 13979.0—86.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться следующие аппаратура, реактивы и материалы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* класса точности 2 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы такого же класса точности;

баня водяная;

спектрофотометр СФ-14, фотоэлектроколориметр ФЭК-М, ФЭК-56 М, ФЭК-60 или аналогичные приборы, обеспечивающие проведение измерения при длине волны 440 нм;

испаритель ротационный ИР-1М;

насос водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336—82 или аналогичного типа, обеспечивающий остаточное давление не более 2 кПа (15 мм рт. ст.);

электрокофемолка бытовая по ГОСТ 19423—81 или аналогичное измельчающее устройство;

сито штампованное с круглыми отверстиями диаметром 1 мм;

холодильники воздушные по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см^3, наливные и отливные, 1 и 2-го классов точности;

---

*С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1989 г., сентябре 1992 г. (ИУС 10—89, 12—92)

gost.e-ecolog.ru

колбы мерные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10 см³, наливные и отливные, 1 и 2-го классов точности или пробирки по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10 см³ исполнения П4Д;

колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 25—50 см³ типа КнКШ;

пипетки по ГОСТ 29227—91, вместимостью 1,0; 5,0; 10,0 см³ исполнений 5 и 7;

воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 диаметром 4—5 см;

ацетон по ГОСТ 2603—79 или по ГОСТ 2768—84 безводный, перегнанный;

хлороформ фармакопейный, безводный, перегнанный;

анилин по ГОСТ 5812—82, свежеперегнанный;

госсипол фармакопейный по нормативно-технической документации, не менее 99,8 % чистоты, лимонно-желтого цвета, с температурой плавления (183 ± 1) °С и коэффициентом поглощения (425 ± 20) при длине волны 366 нм или госсиполуксусная кислота с коэффициентом поглощения (340—360) при длине волны 366 нм;

кальций хлористый по ТУ 6—09—4711—81, прокаленный;

калия гидроокись по ГОСТ 4328—77;

фильтры из бумаги фильтровальной по ГОСТ 12026—76;

натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Примечание. Допускается применять взамен существующего отечественного оборудования и стеклопосуды соответствующее импортное с теми же метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Из объединенной пробы методом диагонального деления выделяют 100 г продукта, измельчают, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм и взвешивают часть, прошедшую через сито и оставшуюся на сите (M_1 и M_2); через сито должно пройти не менее 70 % пробы.

Для дальнейшего анализа берут пробу, состоящую из навесок, фракций, полученных при просеивании, в соотношении, равном соотношению частей $M_1 : M_2$.

Пробу жмыхов и шротов с массовой долей влаги более 7 % подсушивают до массовой доли влаги не выше 7 % в тонком слое на сите при температуре 30—40 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Подготовка растворителей и реагентов

Хлороформ сушат над прокаленным хлористым кальцием не менее 12 ч (20—30 г осушителя на 1000 см³ растворителя), фильтруют и перегоняют на приборе для перегонки с подогревом на водяной бане.

Хлороформ хранят в склянке из темного стекла.

Технический ацетон сушат над прокаленным сульфатом натрия или хлористым кальцием в течение 3 ч (20—30 г осушителя на 100 см³ растворителя), фильтруют и перегоняют так же, как хлороформ.

Анилин выдерживают над гидроокисью калия (20—30 г гидроокиси калия на 1000 см³ анилина) не менее 12 ч и перегоняют на приборе для перегонки с воздушным холодильником с подогревом на песчаной бане, отбирая фракцию, кипящую при температуре 184 °С. Хранят в склянке из темного стекла.

Подготовленный таким образом анилин можно использовать для анализа до тех пор, пока оптическая плотность раствора анилина в хлороформе с объемной долей 5 %, измеренная в слое 1 см относительно хлороформа при длине волны 440 нм будет равна нулю.

3.3. Построение градуировочного графика

Навеску госсипола или госсиполуксусной кислоты массой 0,010 г растворяют в хлороформе в мерной колбе вместимостью 10 см³ (раствор 1). Отмеряют 1,0 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем хлороформом до метки (раствор 2). Затем отбирают соответствующими пипетками в мерные колбы или пробирки вместимостью 10 см³ по 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см³ раствора госсипола 2 (массовая концентрация госсипола 0,01 мг в см³), добавляют в каждую пробирку по 0,5 см³ свежеперегнанного анилина, доводят хлороформом до

объема 10 см³ и нагревают смесь на водяной бане при температуре 70—75 °С с обратным воздушным холодильником в течение 30 мин.

По окончании нагревания растворы охлаждают до комнатной температуры, доводят хлороформом до объема 10,0 см³ и измеряют оптическую плотность растворов в слое 1 см, на спектрофотометре при длине волны 440 нм или фотоэлектроколориметре с синим фильтром (λ_{max} = 434 нм), используя в качестве контрольной пробы раствор 0,5 см³ анилина в хлороформе (общий объем раствора 10,0 см³).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовые концентрации госсипола (0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006; 0,007; 0,008; 0,009 мг/см³), а на оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и периодически проверяется путем определения оптической плотности свежеприготовленных стандартных растворов двух разных концентраций. Проверять градуировочный график следует после каждой государственной поверки и ремонта прибора, но не реже одного раза в год.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Из приготовленной по п. 3.1 пробы отвешивают 1 г продукта с погрешностью не более 0,0002 г в колбу вместимостью 25—50 см³ с притертой пробкой. Приливают 10 см³ ацетона, закрывают пробкой, энергично встряхивают в течение 15 с и дают 2 мин отстояться. Экстракт декантируют на фильтр. Экстракцию повторяют не менее пяти раз такими же порциями ацетона. Профильтрованные экстракты объединяют, ацетон полностью отгоняют под вакуумом с помощью ротационного испарителя. При отсутствии ротационного испарителя можно заменить его водоструйным насосом или другим вакуумсоздающим прибором. Если используется водоструйный насос, необходимо применять предохранительную склянку во избежание перебрасывания воды в колбу с раствором. Остаток количественно переносят хлороформом в мерную колбу или пробирку вместимостью 10 см³ (для ожидаемых значений массовой доли госсипола свыше 0,07 % — 20 см³) и доводят объем пробы хлороформом до 10 см³ (и соответственно до 20 см³) (V_1).

4.2. Из приготовленного раствора отбирают аликвотную часть (V_2) (см. табл. 1) в мерную колбу или в пробирку вместимостью 10 см³, добавляют 0,5 см³ свежеперегнанного анилина и смесь нагревают на водяной бане при температуре 70—75 °С с обратным холодильником в течение 30 мин. Раствор охлаждают, доводят объем хлороформом до 10 см³ (V_3) и определяют оптическую плотность окрашенного раствора в слое 1 см на спектрофотометре при длине волны 440 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (λ_{max} = 434 нм) по отношению к контрольному раствору.

Для приготовления контрольного раствора отбирают такую же аликвотную часть анализируемого раствора и обрабатывают ее так же, но без добавления анилина и без нагревания.

Таблица 1

Ожидаемая массовая доля госсипола, %	Объем хлороформного раствора по п. 4.1, (V_4) см³	Аликвотная часть хлороформного раствора по п. 4.2, (V_2) см³
0,005—0,01	10	5
0,01—0,02	10	4
0,02—0,03	10	2
0,03—0,07	10	1

Примечания:

1. Если оптическая плотность измеряемого раствора выходит за пределы 0,15—0,70, следует изменить объем аликвотной части. При этом объем аликвотной части должен быть увеличен, если оптическая плотность менее 0,15, и уменьшен, если оптическая плотность превышает 0,70.

2. При проведении анализа образца с массовой долей свободного госсипола более 0,1 %, следует изменить степень разведения и объем аликвотной части.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свободного госсипола (X), %, вычисляют по формуле

$$X = 0{,}1 \frac{C \cdot V_1 \cdot V_3}{m \cdot V_2},$$

если для построения градуировочного графика использовалея госсипол, или по формуле

$$X = 0{,}1 \frac{C \cdot V_1 \cdot V_3}{m \cdot V_2 \cdot 1{,}115},$$

если для построения градуировочного графика использовалась госсиполуксусная кислота,

где C — массовая концентрация госсипола в растворе, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

V_1 — объем раствора в хлороформе, см^3;

m — масса жмыха или шрота, г;

V_2 — объем аликвотной части, см^3;

V_3 — объем раствора, приготовленный для определения оптической плотности (10 см^3);

1,115 — коэффициент пересчета госсиполуксусной кислоты на госсипол.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака после запятой с последующим округлением результата до второго десятичного знака.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Метрологические характеристики стандартизуемого метода приведены в табл. 2.

Таблица 2

Интервалы вероятных значений массовой доли свободного госсипола, %	Доверительная граница относительной погрешности результата анализа при доверительной вероятности 0,95 %	Предельное допустимое расхождение между двумя параллельными определениями, % от среднего арифметического значения
От 0,003 до 0,01	Не более 30	Не более 40
» 0,01 и выше	Не более 20	Не более 30

gost.e-ecolog.ru