МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Метод определения суммарной массовой доли растворимых протеинов

Oilcakes oil-meals. Methods of determination of soluble proteins

ОКСТУ 9146

ГОСТ 13979.3—68

Взамен ГОСТ 5983—51 в части метода определения содержания сырого протеина, ГОСТ 80—62 в части определения суммарного содержания растворимых протеинов и ГОСТ 606—62 в части определения суммарного содержания растворимых протеинов

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 1 ноября 1968 г. № 73 дата введения установлена

с 01.01.70

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи и шроты, получаемые при переработке масличных семян, и устанавливает метод определения суммарной массовой доли растворимых протеинов.

Сущность метода состоит в выделении водо- и щелочерастворимых протеинов и количественном определении их по методу Кьельдаля.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 13979.0—86.

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 2).**

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРИМЫХ ПРОТЕИНОВ

Сущность метода заключается в выделении водо- и щелочерастворимых протеинов и количественном определении их по методу Кьельдаля.

3.1. Аппаратура, реактивы и материалы

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

весы лабораторные класса точности 3 или 4 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 500 г или другие весы с таким же классом точности;

воронка В-100—150 ХС по ГОСТ 25336—82;

воронка Бюхнера 1 (2,3) по ГОСТ 9147—80;

колбы Кн-1 (2) — 250 (500) ТС по ГОСТ 25336—82;

бюретка 1 (2) — 1 (2) — 25—0,1 по ГОСТ 29251—91;

пипетка 2—1 (2) — 25 по ГОСТ 29227—91;

цилиндр 1—10 (25, 100) по ГОСТ 1770—74;

gost.e-ecolog.ru

установка для отгонки аммиака;
колбонагреватели;
насос водоструйный или насос Комовского;
парообразователи;
измельчитель механический;
сито с величиной отверстий 0,5 мм из набора лабораторных сит;
ступка фарфоровая диаметром 10 см по ГОСТ 9147—80;
ступка 2 (3,4) и пестик 2 (3, 4) по ГОСТ 9147—80;
кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
натр едкий технический по ГОСТ 2263—79, раствор с массовой долей 33 %;
натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 0,2 %;
индикатор метиловый красный по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 0,2 %, спиртовой раствор;
калия гидрат окиси по ГОСТ 23363—90, c (KOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Из средней пробы выделяют пробу для анализа массой около 15 г, отвешивают на весах классов точности 3 или 4. Выделенную пробу измельчают до прохода через сито с величиной отверстий 0,5 мм. Остаток на сите, не поддающийся измельчению, тщательно смешивают с материалом, прошедшим через сито.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение испытания

3.3.1. На весах класса точности 3 или 4 отвешивают 5 г пробы измельченного исследуемого продукта, помещают в коническую колбу, приливают 200 см³ натрия гидрат окиси раствора с массовой долей 0,2 %, перемешивают содержимое колбы легким вращением ее и оставляют настаиваться в течение 1,5 ч, перемешивая через каждые 15 мин. По истечении указанного времени содержимое колбы фильтруют через складчатый фильтр.

Примечание. В случае, если растворы фильтруются медленно, рекомендуется проводить фильтрацию на воронке Бюхнера через слой бумажного теста (толщиной слоя около 1 см) при слабом отсасывании водоструйным насосом или насосом Комовского.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.2. После того, как будет отфильтровано 75—80 см³ жидкости, берут пипеткой 25 см³ прозрачного фильтрата и помещают в колбу Кьельдаля. Туда же приливают 5 мл концентрированной серной кислоты, вводят несколько кристалликов перекристаллизованной сернокислой меди и ставят колбу на колбонагреватель.

Сначала выпаривают воду из колбы, затем ведут сжигание органических веществ до получения голубоватой прозрачной жидкости.

3.3.3. По окончании сжигания колбу охлаждают, приливают в нее 75 см³ дистиллированной воды и производят отгонку образовавшегося аммиака паром на установке Кьельдаля (черт. 2).

Для этого помещают колбу Кьельдаля на колбонагреватель, плотно закрывают пробкой, в которую вставлен каплеуловитель и трубка, соединяющая колбу Кьельдаля с парообразователем.

В приемную колбу наливают из бюретки 25 см³ 0,1 моль/дм³ раствора серной кислоты и 3—5 капель метилового красного в качестве индикатора. Приемник устанавливают под холодильником так, чтобы оттянутый конец холодильника был погружен в серную кислоту.

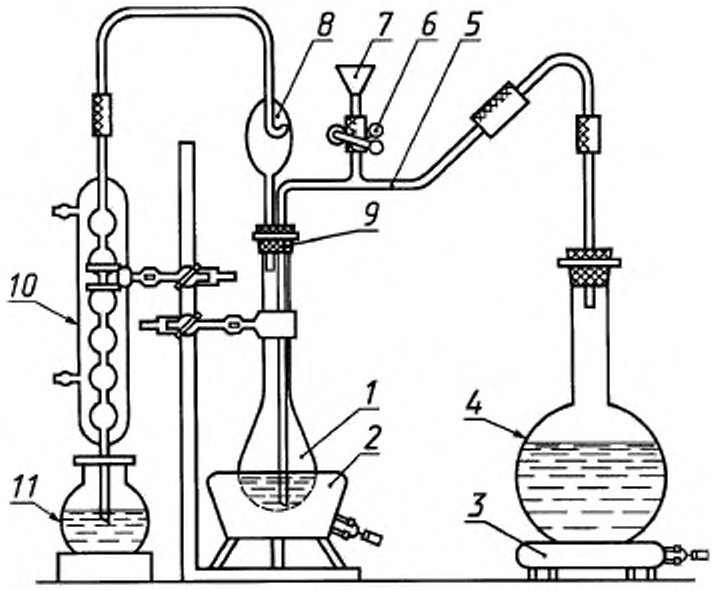
3.3.4. Когда прибор собран, пропускают воду через холодильник, а в колбу Кьельдаля через воронку быстро приливают 30—40 см³ раствора с массовой долей 33 % едкого натра, закрывают зажим воронки и соединяют колбу с парообразователем, предварительно доведенным на электроплитке до кипения.

Включают колбонагреватель и начинают отгонку аммиака. Отгонку ведут до тех пор, пока объем в приемной колбе не увеличится на 125—150 см³, после чего проверяют полноту отгонки аммиака с помощью лакмусовой бумажки. Красная бумажка не должна окрашиваться в синий цвет.

Конец трубки обмывают из промывалки дистиллированной водой и продолжают отгонку еще 5 мин для смывания кислоты с внутренней поверхности трубки холодильника.

По окончании отгонки содержимое колбы титруют 0,1 моль/дм³ раствором едкого калия до перехода окраски от красной к желтой.

В таких же условиях проводят контрольный опыт (без пробы продукта).



1 — колба Кьельдаля; *2* — колбонагреватель; *3* — электроплитка; *4* — парообразователь; *5* — соединительная трубка; *6* — зажим; *7* — воронка; *8* — каплеуловитель; *9* — пробка; *10* — холодильник; *11* — приемная колба

Черт. 2*

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Суммарную массовую долю растворимого протеина в продукте (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(v_1 - v_2) \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot 200 \cdot 6{,}25 \cdot 100}{25 \cdot m}, \qquad (3)$$

где v_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора едкого калия, израсходованный на титрование 25 мл 0,1 моль/дм^3 раствора серной кислоты в контрольном опыте, мл;

v_2 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора едкого калия, израсходованный на титрование избытка серной кислоты в основной пробе, мл;

K — поправка к титру 0,1 моль/дм^3 раствора едкого калия;

0,0014 — объем азота, эквивалентный 1 см^3 точно 0,1 моль/дм^3 раствора серной кислоты, г;

200 — объем исходного раствора, см^3;

25 — объем раствора, взятый для анализа, см^3;

m — масса продукта, г;

6,25 — коэффициент для пересчета количества азота на сырой протеин.

3.4.2. Суммарную массовую долю растворимого протеина к общему содержанию сырого протеина (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{X}, \qquad (4)$$

где X_2 — массовая доля растворимого протеина, %;

X — массовая доля сырого протеина при фактической влажности продукта, %, определенного в соответствии с ГОСТ 13496.4—93.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,5 %.

3.3.3, 3.3.4, 3.4, 3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

* Черт. 1. **(Исключен, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru