МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ СИНИЛЬНОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Методы определения свободной и связанной синильной кислоты

Oilcakes and oilmcals.
Method of determination for free and combined hydrogen cyanide

ОКСТУ 9146

ГОСТ 13979.8—69

Взамен ГОСТ 5983—51 в части методов определения синильной кислоты

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 17 февраля 1969 г. № 204 срок введения установлен 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 плодовых косточек, и устанавливает методы качественного и количественного определения синильной кислоты.

Количественное определение синильной кислоты проводят в случае положительных результатов, полученных при качественном определении.

Методы основаны на выделении синильной кислоты путем гидролиза и определении ее при помощи характерных реакций с солями железа (качественное определение) или с солями серебра (количественное определение по Либиху).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 13979.0—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* класса точности 3 или 4 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 500 г или другие весы с тем же классом точности.

Измельчитель механический или мельница электрическая лабораторная или бытовая с числом оборотов не менее 5000 об/мин или ступка фарфоровая по ГОСТ 9147—80 или бронзовая.

Сито металлическое штампованное с отверстиями диаметром 1 мм из набора лабораторных сит.

Электроплитка.

Баня водяная с электронагревом.

Парообразователь.

Колбы конические Кн-1—250, Кн-2—250 по ГОСТ 25336—82.

Колбы круглодонные К-1—250 ТС, КГУ-2—1—500 ТС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3, 4 по ГОСТ 9147—80.

Холодильник ХШ-1—2 по ГОСТ 25336—82.

Алонж АИО по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 1—1—10—0,05, 2—1—10—0,05, 3—1—10—0,05, 1—2—10—0,05 по НТД.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1,2,утвержденными в декабре 1982 г.,июне 1987 г.

Воронка В-56—80 по ГОСТ 25336—82.
Изгиб И ∠ 75 ° 2К по ГОСТ 25336—82.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 10 %-ный раствор.
Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148—78, 5 %-ный раствор.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10 %-ный раствор.
Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 5 %-ный водный раствор.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 10 %-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.3—83.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, 1,5 %-ный раствор.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Допускается применение посуды по классу точности не ниже отечественных аналогов.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Качественное определение

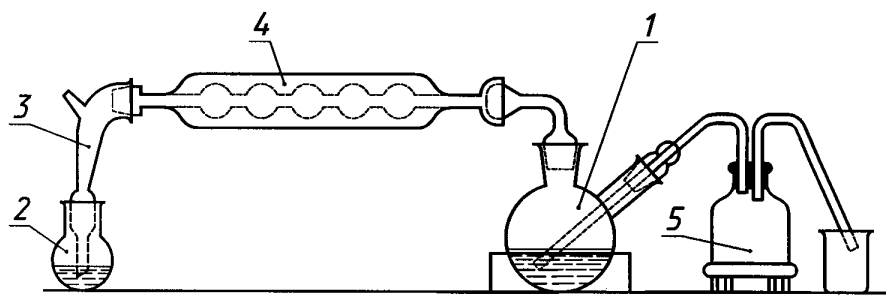
В водную вытяжку из 10 г испытуемого материала, измельченного до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм (на 10 г берут 50 мл дистиллированной воды, настаивают 3 ч и затем фильтруют), добавляют 5 см^3 раствора едкого натра, 1 см^3 раствора сернокислого железа и кипятят 30 мин. После этого раствор подкисляют соляной кислотой до получения кислой реакции, которую определяют по лакмусу, и добавляют несколько капель водного раствора хлорного железа. При наличии синильной кислоты раствор окрашивается в синий цвет.

3.2. Количественное определение

20 г жмыха или шрота, измельченного до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм, взвешивают на весах 2 или 3-го класса точности (результат записывают с точностью до второго десятичного знака) и помещают в круглодонную колбу, добавляют в нее 250 см^3 дистиллированной воды, предварительно нагретой до 45—50 °С. Закрыв оба отверстия колбы,тщательно перемешивают содержимое и выдерживают на водяной бане при 45—50 °С в течение 2,5—3 ч, после чего подкисляют добавлением 10 см^3 раствора винной кислоты. Колбу устанавливают на кипящей водяной бане и соединяют с парообразователем и холодильником, как указано на черт. 1. К холодильнику присоединяют приемную круглодонную колбу вместимостью 250 см^3, предварительно налив в нее 5—10 см^3 раствора гидроокиси калия.

Во время отгонки трубка, подводящая пар в колбу, и конец алонжа холодильника должны быть погружены в жидкость. Отгонку ведут до получения 100 см^3 дистиллята. Собранный дистиллят переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и быстро титруют раствором азотнокислого серебра при интенсивном взбалтывании. Перед концом титрования исчезает молочно-белый и появляется сиреневатый оттенок титруемой жидкости. После появления сиреневатого оттенка азотнокислое серебро добавляют постепенно по каплям до появления неисчезающего при взбалтывании осадка.

Схема отгонки синильной кислоты



1 — круглодонная колба; *2* — приемная колба; *3* — алонж; *4* — холодильник; *5* — парообразователь

Черт. 1

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободной и связанной синильной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 0{,}318 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса азотнокислого серебра,содержащаяся в 1 см^3 раствора молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3,г;

V — объем раствора азотнокислого серебра концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.),израсходованный на титрование дистиллята,см^3;

0,318 — коэффициент пересчета количества азотнокислого серебра на синильную кислоту;

m — масса исследуемого жмыха или шрота,г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 %.

Относительная погрешность метода при доверительной вероятности 0,95 составляет 4 %.

Все вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака.

Раздел 4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru