

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖМЫХИ И ШРОТЫ ХЛОПКОВЫЕ

ГОСТ
13979.11-83

Метод определения свободного госсипола

Cottonseed oilcakes and oilmeals.
Determination of free gossypol contentВзамен
ГОСТ 13979.11-69

ОКСТУ 9146

с 01.01.85

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

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;

бания 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.);

электрофемолка 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 см³, наливные и отливные, 1 и 2-го классов точности;

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

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.

П р и м е ч а н и е . Допускается применять взамен существующего отечественного оборудования и стеклоподы 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 градиуровочного 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

С. 3 ГОСТ 13979.11-83

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 ($\lambda_{\max} = 434$ 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 выше 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 аликовтную 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 ($\lambda_{\max} = 434$ нм) по отношению к контрольному раствору.

Для приготовления контрольного раствора отбирают такую же аликовтную 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_1) см ³	Аликовтная часть хлороформного раствора по п. 4.2, (V_2) см ³
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 аликовтной части. При этом объем аликовтной 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 аликовтной части.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

если для построения градиуровочного графика использовался гессипол, или по формуле

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

если для построения градиуровочного графика использовалась гессиполуксусная кислота, где C — массовая концентрация гессипола в растворе, найденная по градиуровочному графику, $\text{мг}/\text{см}^3$;

V_1 — объем раствора в хлороформе, см^3 ;

m — масса жмыха или шрота, г;

V_2 — объем аликовой части, см^3 ;

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

1,115 — коэффициент пересчета гессиполуксусной кислоты на гессипол.

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 стандартизованного метода приведены в табл. 2.

Таблица 2

Интервалы вероятных значений массовой доли свободного гессипола, %	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 » 0,01 и выше	Не более 30 Не более 20	Не более 40 Не более 30