

## 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 опре-  
деления суммарного содержа-  
ния 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;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1983 г.,  
сентябре 1987 г. (ИУС 7—83, 1—88)

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.,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (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,  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> жидкости, берут пипеткой 25 см<sup>3</sup> прозрачного фильтрата и помещают в колбу Кельдаля. Ту же приливают 5 мл концентрированной серной кислоты, вводят несколько кристалликов перекристаллизованной сернистой 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и производят отгонку образовавшегося аммиака паром на установке Кельдаля (черт. 2).

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

В приемную колбу наливают из бюретки 25 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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.

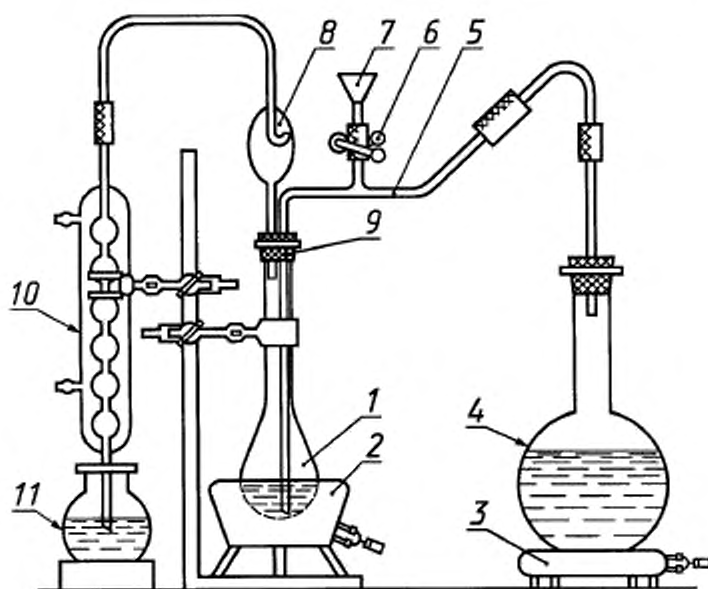
3.3.4. Когда прибор собран, пропускают воду через холодильник, а в колбу Кельдаля через воронку быстро приливают 30—40 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей 33 % едкого натра, закрывают зажим воронки и соединяют колбу с парообразователем, предварительно доведенным на электроплитке до кипения.

Включают колбонагреватель и начинают отгонку аммиака. Отгонку ведут до тех пор, пока объем в приемной колбе не увеличится на 125—150 см<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup> раствором едкого калия до перехода окраски от красной к желтой.

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



1 — колба Кельдаля; 2 — колбонагреватель; 3 — электродитка; 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

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

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

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

$K$  — поправка к титру 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора едкого калия;

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

200 — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

25 — объем раствора, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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

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

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).