

**ЖМЫХИ И ШРОТЫ ХЛОПКОВЫЕ****ГОСТ  
13979.11—83****Метод определения свободного госсипола**Cottonseed oilcakes and oilmeals.  
Determination of free gossypol content**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 %.

Сушность 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<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, наливные и отливные, 1 и 2-го классов точности или пробирки по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10 см<sup>3</sup> исполнения П4Д;  
 колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 25—50 см<sup>3</sup> типа КнКШ;  
 пипетки по ГОСТ 29227—91, вместимостью 1,0; 5,0; 10,0 см<sup>3</sup> 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 серноокислый 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> растворителя), фильтруют и перегоняют так же, как хлороформ.

Анилин выдерживают над гидроокисью калия (20—30 г гидроокиси калия на 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> (раствор 1). Отмеряют 1,0 см<sup>3</sup> раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем хлороформом до метки (раствор 2). Затем отбирают соответствующими пипетками в мерные колбы или пробирки вместимостью 10 см<sup>3</sup> по 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см<sup>3</sup> раствора госсипола 2 (массовая концентрация госсипола 0,01 мг в см<sup>3</sup>), добавляют в каждую пробирку по 0,5 см<sup>3</sup> свежеперегнанного анилина, доводят хлороформом до

объема 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> анилина в хлороформе (общий объем раствора 10,0 см<sup>3</sup>).

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/см<sup>3</sup>), 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 см<sup>3</sup> с притертой пробкой. Приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> (для ожидаемых значений массовой доли госсипола свыше 0,07 % — 20 см<sup>3</sup>) и доводят объем пробы хлороформом до 10 см<sup>3</sup> (и соответственно до 20 см<sup>3</sup>) ( $V_1$ ).

4.2. Из приготовленного раствора отбирают аликвотную часть ( $V_2$ ) (см. табл. 1) в мерную колбу или в пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> ( $V_3$ ) 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 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, ( $V_1$ ) см <sup>3</sup>	Аликвотная часть хлороформного раствора по п. 4.2, ( $V_2$ ) см <sup>3</sup>
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 использовался 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора в хлороформе, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса жмыха или шрота, г;

$V_2$  — объем аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора, приготовленный для определения оптической плотности (10 см<sup>3</sup>);

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 » 0,01 и выше	Не более 30 Не более 20	Не более 40 Не более 30