ГОСТ Р 51424—99
(ИСО 6866—85)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли свободного и общего госсипола

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № M98 42 002 E 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 579-ст

3 Настоящий стандарт за исключением 2, 5.3, 6 представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6866—85 «Корма для животных. Определение свободного и общего госсипола»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли свободного и общего госсипола

Feeds, mixed feeds and raw material.
Determination of free and total gossypol mass fraction

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли свободного и общего госсипола и химически связанных веществ в кормах для животных.

Метод распространяется на семена хлопчатника, муку из семян хлопчатника, хлопковый жмых и комбикорма, содержащие эти продукты.

Нижний предел обнаружения свободного госсипола — 20 мг/кг, общего госсипола — 50 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0—80* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

3 Сущность метода

3.1 Свободный госсипол экстрагируют в присутствии 3-аминопропан-1-ола или смесью 2-пропанола и гексана, общий госсипол — диметилформамидом. Используя анилин, госсипол переводят в госсипол-дианилин. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при максимальном поглощении (между 435 и 445 нм).

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а. Вода должна быть дистиллированной.

4.1 2-Пропанол/п-гексан, смесь 60+40 по объему.

4.2 Растворитель А

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают приблизительно 500 см^3 смеси 2-пропанол/гексан, 2 см^3 3-аминопропан-1-ола, 8 см^3 ледяной уксусной кислоты и 50 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора в колбе доводят до метки смесью 2-пропанол/гексана.

Реактив устойчив в течение одной недели.

4.3 Растворитель В

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2 см^3 3-аминопропан-1-ола и 10 см^3 ледяной уксусной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры и его объем доводят до метки N,N-диметилформамидом.

Реактив устойчив в течение одной недели.

* Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО 6497 [1].

Издание официальное

4.4 Анилин

Если оптическая плотность, определенная в холостом опыте превышает 0,022, анилин перегоняют над цинковой пылью, отбрасывая первые и последние 10 % дистиллята. Хранят в бутыли из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике при температуре 0 — 4 °С.

Реактив устойчив в течение нескольких месяцев.

5 Средства контроля

Используют обычную лабораторную аппаратуру.

5.1 Барабанный смеситель со скоростью вращения приблизительно 35 об/мин или шейкер.

5.2 Спектрометр, обеспечивающий измерения при длинах волн 435 — 445 нм с кюветами толщиной просвечиваемого слоя 10 мм.

5.3 Мерные колбы вместимостью 25 и 50 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ±0,2 %.

5.4 Конические колбы вместимостью 50, 100 и 250 см^3.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

7 Проведение испытания

7.1 Испытуемую пробу готовят к анализу по ГОСТ Р 51419.

7.2 Взятие навески

Масса навески зависит от предполагаемого содержания госсипола. При определении свободного госсипола в семенах хлопчатника, муке из семян хлопчатника и жмыхе масса навески должна быть не более 1 г; для комбикормов она может быть до 5 г. При определении общего госсипола масса навески должна быть от 0,5 до 5 г.

Примечание — Масса навески должна быть достаточной, чтобы во взятой для анализа части фильтрата масса свободного госсипола была в пределах, указанных в 7.3.1.2 и общего госсипола — в пределах, указанных в 7.3.2.4.

7.3 Определение

7.3.1 Определение свободного госсипола

7.3.1.1 Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, дно которой покрыто стеклянными шариками. С помощью пипетки добавляют 50 см^3 растворителя *A*, колбу закрывают и перемешивают на барабанном смесителе в течение 1 ч. Затем фильтруют через фильтровальную бумагу в коническую колбу вместимостью 100 см^3. В процессе фильтрования воронку накрывают часовым стеклом.

7.3.1.2 В каждую из двух мерных колб вместимостью 25 см^3 (*C* и *D*) при помощи пипетки переносят раствор фильтрата, содержащий от 50 до 100 мкг госсипола. Объем фильтрата, если это требуется, доводят до 10 см^3 растворителем А.

7.3.1.3 Объем раствора в колбе *C* доводят до метки смесью 2-пропанол/гексан и перемешивают. Этот раствор служит нулевым раствором, относительно которого проводят измерения испытуемого раствора.

7.3.1.4 В каждую из двух мерных колб вместимостью 25 см^3 (*E* и *F*) с помощью пипетки переносят по 10 см^3 растворителя *A*.

7.3.1.5 Объем жидкости в колбе *E* доводят до метки смесью 2-пропанол/гексан и перемешивают. Этот раствор в дальнейшем используют как нулевой раствор, относительно которого проводят измерения раствора холостого опыта.

7.3.1.6 В колбы *D* и *F* добавляют 2 см^3 анилина. Нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин для развития окраски.

7.3.1.7 Охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора до метки смесью 2-пропанол/гексан, перемешивают и оставляют на 1 ч.

7.3.1.8 Измеряют оптическую плотность раствора холостого опыта (колба *F*) относительно нулевого раствора (колба *E*) и оптическую плотность испытуемого раствора (колба *D*) относительно нулевого раствора (колба *C*) на спектрометре при длине волны максимальной абсорбции (между 435 и 445 нм).

7.3.1.9 Чтобы получить значения корректированной оптической плотности из значения опти-

ческой плотности испытуемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора холостого опыта.

7.3.2 Определение общего госсипола

7.3.2.1 Навеску пробы помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и приливают 10 см^3 растворителя *B*.

7.3.2.2 Помещают 10 см^3 растворителя *B* во вторую мерную колбу вместимостью 50 см^3.

7.3.2.3 Нагревают две колбы (7.3.2.1 и 7.3.2.2) в течение 30 мин на кипящей водяной бане. Охлаждают до комнатной температуры и доводят до метки смесью 2-пропанол/гексан. Перемешивают и оставляют на 10—15 мин, затем фильтруют в коническую колбу вместимостью 50 см^3.

7.3.2.4 В каждую из двух черных колб вместимостью 25 см^3 при помощи пипетки переносят по 2 см^3 фильтрата, полученного при экстракции навески пробы, содержащего от 40 до 200 мкг госсипола и по 2 см^3 фильтрата, полученного из второй колбы в каждую из двух других мерных колб вместимостью 25 см^3.

Доводят до метки смесью 2-пропанол/гексан жидкость в одной из колб, содержащих фильтрат испытуемой пробы и одной из колб холостого опыта. Эти растворы служат нулевыми растворами.

7.3.2.5 Добавляют по 2 см^3 анилина в оставшиеся две колбы, содержащие испытуемый раствор и раствор холостого опыта. Нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане для развития окраски.

Охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки смесью 2-пропанол/гексан, перемешивают и оставляют на 1 ч.

7.3.2.6 Измеряют оптическую плотность растворов по 7.3.1.8 и вычисляют корректированную оптическую плотность по 7.3.1.9.

7.4 Количество определений

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю свободного или общего госсипола в испытуемой пробе *X*, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 1250 \cdot 100}{a \cdot m \cdot V} = \frac{A \cdot 1{,}25}{a \cdot m \cdot V} \cdot 10^6,$$

где *A* — скорректированная оптическая плотность;

m — масса навески, г;

V — объем части фильтрата, взятый для анализа, см^3;

a — коэффициент поглощения (для свободного госсипола — 62,5 и для общего госсипола — 60,0), см$^{-1}$ г$^{-1}$ дм^3.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если выполняется норматив сходимости (8.2).

8.2 Сходимость

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать:

15 % от среднеарифметического результата при массовой доле госсипола менее 500 мг/кг;

75 мг/кг при массовой доле госсипола не менее 500 и не более 750 мг/кг;

10 % от среднеарифметического результата при массовой доле госсипола более 750 мг/кг.

9 Оформление результатов измерений

9.1 В отчете об испытании должны быть указаны:

- используемый метод и полученный результат;
- все условия выполнения анализа, не установленные данным стандартом или рассматриваемые как необязательные, так же как любые обстоятельства, которые могли оказать влияние на результат анализа.

Отчет должен включать информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: госсипол свободный и общий, хлопковый жмых, шрот, комбикорм, спектрометр, оптическая плотность