**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА**

# КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

## Определение массовой доли свободного и общего госсипола

**Издание официальное**

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации

г. Ташкент

## Предисловие

1. ВНЕСЁН Техническим комитетом по стандартизации «Donmahsulotlari»

2. ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство Узстандарт)
от 06.01.2012 № 05-362

3. Настоящий стандарт за исключением Разделов 2; 6 представляет собой идентичный текст ГОСТ Р 51424-99 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли свободного и общего госсипола».

4. В стандарт внесены следующие редакционные изменения:
а) изменения в нумерации страниц;
б) в разделе «Нормативные ссылки» международный стандарт и национальный стандарт России заменены на Государственные стандарты Узбекистана;
в) раздел «Нормативные ссылки» дополнен «Примечанием».

5. ВВЕДЁН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и приложений к нему на территории Узбекистана публикуется в указателе издаваемом агентством «Узстандарт».*

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения агентства «Узстандарт»

Содержание

1. Область применения ..... 1
2. Нормативные ссылки ..... 1
3. Сущность метода ..... 2
4. Реактивы ..... 2
5. Средства контроля ..... 2
6. Отбор проб ..... 2
7. Проведение испытания ..... 2
8. Обработка результатов ..... 4
9. Оформление результатов измерений ..... 4

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УЗБЕКИСТАНА**

# ЕМ, ОМИХТА ЕМ, ОМИХТА ЕМ ХОМ АШЁСИ

**Эркин ва умумий госсиполнинг масса улушини аниклаш**

# 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 с 06.01.2012г.
Срок действия до 06.01.2017г.

## 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 mg/kg, общего госсипола – 50 mg/kg.

## 2 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

O'z DSt 2189:2011 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

**Примечание** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Узбекистана. Если ссылочный документ заменен (изменен) то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение в котором дана ссылка на него, применяется в части не затрагивающей эту ссылку.

**Издание официальное**

O'ZSTANDART AGENTLIGI
2914 son bilan
«06» 01 2012 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

## 3 Сущность метода

3.1 Свободный госсипол экстрагируют в присутствии 3-аминопропан-1ола 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 nm).

## 4 Реактивы

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

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

**4.2 Растворитель А**

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

Реактив устойчив в течение одной недели.

**4.3 Растворитель В**

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

Реактив устойчив в течение одной недели.

**4.4 Анализ**

Если оптическая плотность, определенная в холостом опыте превышает 0,022, анилин перегоняют над цинковой пылью, отбрасывая первые и последние 10 % дистиллята. Хранят в бутылке 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 r/min или шейкер.

5.2 Спектрометр, обеспечивающий измерения при длинах волн 435-445 nm с кюветами толщиной просвечиваемого слоя 10 mm.

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

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

5.5 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 g.

## 6 Отбор проб

6.1 Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

## 7 Проведение испытания

7.1 Испытуемую пробу готовят к анализу по O'z DSt 2189.

**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 g; для комбикормов она может быть до 5 g. При определении общего госсипола масса навески должна быть от 0,5 до 5 g.

**Примечание** – Масса навески должна быть достаточной, чтобы из 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 $cm^3$, дно которой покрыто стеклянными шариками. С помощью пипетки добавляют 50 $cm^3$ растворителя А, колбу закрывают и перемешивают на барабанном смесителе в течение 1 h. Затем фильтруют через фильтровальную бумагу в коническую колбу вместимостью 100 $cm^3$. В процессе фильтрования воронку накрывают часовым стеклом.

7.3.1.2 В каждую из двух мерных колб вместимостью 25 $cm^3$ (С и Д) при помощи пипетки переносят раствор фильтрата, содержащий от 50 до 100 mkg госсипола. Объем фильтрата, если это требуется, доводят до 10 $cm^3$ растворителем А.

7.3.1.3 Объем раствора в колбе С 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 $cm^3$ (Е и F) с помощью пипетки переносят по 10 $cm^3$ растворителя А.

7.3.1.5 Объем жидкости в колбе Е 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 $cm^3$ анилина. Нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 min 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 h.

7.3.1.8 Измеряют оптическую плотность раствора холостого опыта (колба F) относительно нулевого раствора (колба Е) и оптическую плотность испытуемого раствора (колба D) относительно нулевого раствора (колба С) на спектрометре при длине волны максимальной абсорбции (между 435 и 445 nm).

7.3.1.9 Чтобы получить значения корректированной оптической плотности из значения оптической 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 $cm^3$ и приливают 10 $cm^3$ растворителя В.

7.3.2.2 Помещают 10 $cm^3$ растворителя В во вторую мерную колбу вместимостью 50 $cm^3$.

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

7.3.2.4 В каждую из двух черных колб вместимостью 25 $cm^3$ при помощи пипетки переносят по 2 $cm^3$ фильтрата, полученного при экстракции навески пробы, содержащего от

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

40 до 200 mkg госсипола и по 2 $cm^3$ фильтрата, полученного из второй колбы в каждую из двух других мерных колб вместимостью 25 $cm^3$.

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 $cm^3$ аналина в оставшиеся две колбы, содержащие испытуемый раствор и раствор холостого опыта. Нагревают в течение 30 min на кипящей водяной бане для развития окраски.

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

7.3.2.6 Измеряют оптическую плотность раствора 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, mg/kg, 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, g;

V – объем части фильтрата, взятый для анализа, $cm^3$;

a – коэффициент поглощения (для свободного госсипола – 62,5 и для общего госсипола – 60,0), $cm^{-1}\ r^{-1}\ dm^3$.

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 mg/kg;

75 mg/kg при массовой доле госсипола не менее 500 и не более 750 mg/kg;

10 % от среднеарифметического результата при массовой доле госсипола более 750 mg/kg.

## 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.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

ОКС 65.120 С 19 ОКСТУ 9209

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

СОГЛАСОВАНО

Министерство сельского
и водного хозяйства
Республики Узбекистан
письмо № 02 / 12 - 2054
от 26. 10. 2011 г.

СОГЛАСОВАНО

Главное управление
развития животноводства
птицеводства и рыбоводства
Минсельводхоза Республики Узбекистан
письмо № 02 / 12 - 2054
от 26. 10. 2011 г.

СОГЛАСОВАНО

Главное Государственное
управление ветеринарии
при Минсельводхозе
Республики Узбекистан
письмо № 48-26 / 847
от 3. 11. 2011 г.

СОГЛАСОВАНО

УРМК и ХП АК «Уздонмахсулот»
«9» декабря 2011 г.

СОГЛАСОВАНО

УКДПХ и И АК «Уздонмахсулот»
«6» декабря 2011 г.

СОГЛАСОВАНО

УМИ и К АК «Уздонмахсулот»
«6» декабря 2011 г.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI

Заместитель Председателя
АК «Уздонмахсулот» А. ЮЛДАШЕВ

Директор
ООО «Donmahsulotlari IIChM» Д.А. ГАФУРОВА

Нач. отдела стандартизации
ООО «Donmahsulotlari IIChM» М.Г. МУХАМЕДКАРИМОВА

Нач. испытательного комплекса
ООО «Donmahsulotlari IIChM» А.У. ЧАРЫЯРОВ

Нач. отдела мукомольно-крупяной
и комбикормовой продукции
ООО «Donmahsulotlari IIChM» М.Ш. ГАФУРОВА

Ведущий инженер-технолог
отдела мукомольно-крупяной
и комбикормовой продукции
ООО «Donmahsulotlari IIChM» Л.Н. ШИН

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH,
MUVOFIQLASHTIRISH
VA DAVLAT NAZORATI
BOSHQARMASI