

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕЛКА

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2009

## ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

ГОСТ  
10846—91

## Метод определения белка

Grain and products of its processing. Method for determination of protein

МКС 67.060

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.06.93

Настоящий стандарт распространяется на зерно и продукты его переработки и устанавливает метод определения белка.

Сущность метода заключается в минерализации органического вещества серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сульфата аммония, разрушении сульфата аммония щелочью с выделением аммиака, отгонке аммиака водяным паром в раствор серной или борной кислоты с последующим титрованием.

**1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ**

- 1.1. Отбор проб зерна — по ГОСТ 13586.3
- 1.2. Отбор проб крупы — по ГОСТ 26312.1.
- 1.3. Отбор проб муки и отрубей — по ГОСТ 27668.

**2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ**

Мельница лабораторная марки У1-УМЛ, марки ЛЭМ или другой марки, обеспечивающая требуемую крупность размола.

Сито из проволочной сетки № 08 по ТУ 14-4-1374.

Весы лабораторные общего назначения с пределом допускаемой погрешности взвешивания  $\pm 0,01$  г.

Весы лабораторные общего назначения с пределом допускаемой погрешности взвешивания  $\pm 0,001$  г.

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М или другого типа с терморегулятором, обеспечивающим создание и поддержание температуры в рабочей зоне высушивания 100—140 °С с погрешностью  $\pm 2$  °С.

Электронагреватели или газовые горелки.

Бачок-преобразователь металлический или термостойкая колба вместимостью 2000 см<sup>3</sup>.

Колбы Кьельдаля исполнения 2 вместимостью 100, 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 25 или 50 см<sup>3</sup>.

Колбы конические исполнения 2 вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 1 вместимостью 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Холодильник шариковый или с прямой трубкой исполнения 3 по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель исполнения КО-60 по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные лабораторные диаметром 25 или 36 мм, высотой 38 или 50 мм по ГОСТ 25336.

Пробирки цилиндрические диаметром 10 мм, высотой 90 мм по ГОСТ 25336.

Трубки стеклянные соединительные по ГОСТ 25336.

Капельница для индикатора.

Ступки фарфоровые и пестик.

Стакан фарфоровый вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 9147.

Цилиндр мерный вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч., и раствор серной кислоты или стандарт-титр концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 330—400 г/дм<sup>3</sup> и раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656, ч. д. а., и раствор массовой концентрации 40 г/дм<sup>3</sup>.

Медь серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Калий серноокислый по ГОСТ 4145.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, водный раствор объемной долей 30 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962\*.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный.

Бромкрезоловый зеленый.

Селен, ч.

### 3. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

#### 3.1. Подготовка пробы к определению

3.1.1. Из средней пробы зерна или продукта его переработки вручную или при помощи делителя выделяют (50,0 ± 0,1) г. Зерно и крупу очищают от сорной примеси, за исключением испорченных зерен или ядер. Очищенное зерно или крупу размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы весь размолотый продукт прошел при просеивании через сито из проволочной сетки № 08.

При размоле на мельнице зерно, влажность которого превышает 17 %, предварительно подсушивают на воздухе или в одном из следующих устройств: сушильном шкафу, термостате, лабораторном сушильном аппарате ЛСА при температуре воздуха не более 50 °С.

3.1.2. Из тщательно перемешанного материала отбирают и помещают в чистую и сухую пробирку, свободно входящую в колбу Кьельдаля, поочередно две навески массой 0,3—0,7 г каждая. Пробирку с навеской взвешивают на весах с погрешностью ± 0,001 г, помещают как можно глубже в колбу Кьельдаля (во избежание распыления продукта по стенкам колбы) и осторожно высыплют продукт из пробирки. Пустую пробирку взвешивают. По разности между результатами первого и второго взвешивания устанавливают массу навески.

Для облегчения введения пробирки с навеской в колбу Кьельдаля на запаянный конец пробирки надевают резиновую трубку.

Допускается взвешивать навеску на обеззоленном фильтре размером 3 × 3 см. Фильтр с навеской сворачивают и помещают в колбу Кьельдаля.

**Примечание.** При взятии навески на обеззоленном фильтре в «холостом» определении проводят обязательное сжигание фильтра.

3.1.3. Одновременно со взятием навесок для анализа берут навески для определения влажности: зерна — по ГОСТ 13586.5, крупы — по ГОСТ 26312.7, муки и отрубей — по ГОСТ 9404.

#### 3.2. Подготовка реактивов и растворов

3.2.1. Для приготовления катализатора 1 взвешивают 10,0 г серноокислой меди, 100,0 г сернокислого калия и 2,0 г селена, помещают навеску в ступку и смесь тщательно растирают до получения однородного мелкозернистого порошка.

Для приготовления катализатора 2 взвешивают 10,0 г серноокислой меди и 300,0 г сернокислого калия, помещают навески в ступку и смесь тщательно растирают до получения однородного мелкозернистого порошка.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

### С. 3 ГОСТ 10846—91

3.2.2. Для приготовления раствора индикатора взвешивают 0,2 г метилового красного и 0,1 г бромкрезолового зеленого; растворяют навески в 100 см<sup>3</sup> 96 %-ного этилового спирта.

3.2.3. Для приготовления 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты используют концентрированную кислоту по ГОСТ 25791 и титр серной кислоты в соответствии со стандартами и правилами, приложенными к комплекту.

3.2.4. Для приготовления 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия используют натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и титр натрия гидроокиси в соответствии со стандартами и правилами, приложенными к комплекту.

3.2.5. Для приготовления раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм<sup>3</sup> взвешивают 40 г борной кислоты, растворяют навеску в небольшом количестве воды при нагревании, а затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, объем которой после охлаждения раствора доводят до метки дистиллированной водой.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

### 4.1. Разрушение органического вещества

4.1.1. В колбу Кьельдаля с навеской добавляют 1,5—2,0 г катализатора 1 или 2 и осторожно вливают 10—15 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Содержимое перемешивают покачиванием колбы, добиваясь полного смачивания навески.

Допускается в колбу Кьельдаля с навеской вместо катализатора 1 или 2 добавлять 7—10 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода объемной долей 30 % и после прекращения бурной реакции приливать 7—10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты.

4.1.2. Нагревание колбы проводят в вытяжном шкафу или помещении с принудительной вентиляцией.

В горлышко колбы Кьельдаля вставляют маленькую стеклянную воронку или втулку для уменьшения улетучивания паров кислоты во время нагревания.

Колбу устанавливают на электроплитке или укрепляют в штативе над газовой горелкой так, чтобы ее ось была под углом 30—45°.

Начальное нагревание колбы проводят под наблюдением при слабом накале электроплитки или на слабом пламени газовой горелки медленно, ввиду возможного образования пены, которая может подняться в горлышко колбы или даже перелиться через край.

4.1.3. После прекращения образования пены усиливают нагревание колбы и доводят содержимое ее до кипения. Дальнейшая интенсивность кипения раствора в колбе должна быть такой, чтобы пары кислоты конденсировались в средней части горлышка колбы Кьельдаля.

Во время нагревания колбы следят за тем, чтобы на стенках колбы не оставалось черных несгоревших частиц продукта. Если их обнаруживают, то смывают небольшим количеством серной кислоты, которую добавляют в колбу, или легким встряхиванием содержимого колбы.

4.1.4. Раствор в колбе кипятят до тех пор, пока он не станет прозрачным (допускается слегка зеленоватый оттенок). Затем проводят дополнительное нагревание колбы еще в течение 30 мин, после чего сжигание заканчивают.

4.1.5. Колбу охлаждают и к ее содержимому постепенно приливают 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, слегка взбалтывая раствор. Полученный раствор снова охлаждают.

### 4.2. Отгонка аммиака

4.2.1. В бачок-парообразователь 1 (см. приложение) через воронку 2 наливают дистиллированную воду, заполняя ею более половины объема бачка. Открывают кран 3 и зажим 4.

Нагревают бачок с водой на электрической плитке или газовой горелке. Присоединяют пустую колбу Кьельдаля 10 к каплеуловителю 7 и воронке для щелочи 5.

После того как вода в бачке закипит, закрывают кран 3. Включают холодильник 8, подставляют под него пустую коническую колбу 9 и в течение 5—10 мин «пропаривают» прибор.

По истечении указанного времени открывают краны 3 и 6, а зажим 4 закрывают.

4.2.2. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают при помощи бюретки или пипетки 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм<sup>3</sup> или же 25 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты и добавляют 4—5 капель индикатора. Вынимают пустую коническую колбу из-под холодильника и вместо нее подставляют коническую колбу с раствором борной или серной кислоты.