

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЕМЕНА РАПСА

Определение содержания хлорофилла спектрометрическим методом

Издание официальное

ГОСТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № 9842002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки».

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки».

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 641-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 10519:1997 «Семена рапса. Определение содержания хлорофилла. Спектрометрический метод».

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

СЕМЕНА РАПСА

Определение содержания хлорофилла спектрометрическим методом

Rapeseed.
Determination of chlorophyll content by spectrometric method

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на семена рапса и устанавливает спектрометрический метод определения содержания хлорофилла.

Метод не применим для определения хлорофилла в маслах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4095—75 Изоктан технический. Технические условия

ГОСТ 10852—86 Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 10856—96 Семена масличные. Методы определения влажности

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29142—91 Семена масличных культур. Отбор проб

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции навески продукта в специальном аппарате со специальным растворителем для экстракции и в дальнейшем спектрометрическом определении содержания хлорофилла в экстракте.

4 Определение

В настоящем стандарте используют следующий термин с соответствующим определением:

содержание хлорофилла: Масса фракции веществ в миллиграммах в 1 кг пробы, соответствующая полосе спектра поглощения с длиной волны около 665 нм, полученной в условиях, установленных настоящим стандартом, выраженная как хлорофилл А.

Содержание хлорофилла выражается в миллиграммах на килограмм.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 10852.

При экспортно-импортных поставках — по ГОСТ 29142—91.

6 Аппаратура, материалы и реактивы

6.1 Спектрометр, пригодный для измерения поглощения в диапазоне длин волн от 600 до 700 нм, шириной спектральной полосы 2 нм.

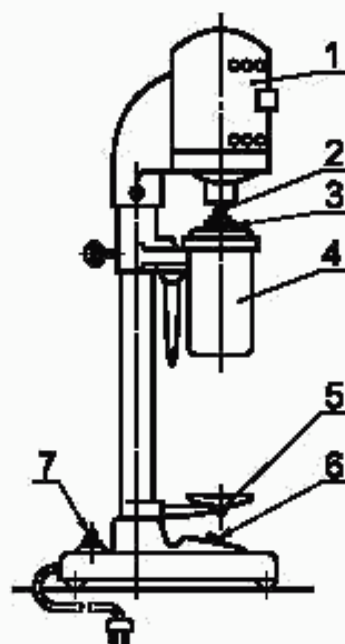
6.2 Кюветы оптические толщиной слоя вещества не менее 1 см.

6.3 Устройства для измельчения зерновых и масличных культур: лабораторные электрические мельницы, бытовые электрокофемолки и другие, обеспечивающие проход через сито.

6.4 Сито с металлотканой сеткой числом отверстий на 1 см² 60—70, по [1].

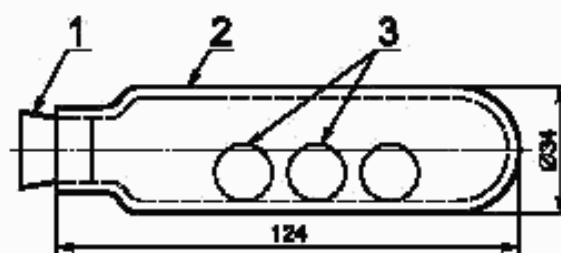
6.5 Микроразмельчитель тканей ножевой (рисунок 1).

6.6 Микроразмельчитель шариковый (рисунок 2).



1 — электродвигатель; 2 — вал с ножами (ножевая мешалка); 3 — сосуд для размельчения тканей; 4 — контейнер; 5 — каплеуловитель; 6 — тумблеры для включения прибора и изменения числа оборотов; 7 — корпус предохранителя

Рисунок 1 — Микроразмельчитель тканей ножевой



1 — неопределенная или фторсиликоновая пробка № 3; 2 — стальная обшивка; 3 — шарики из нержавеющей стали Ø 16 мм

Рисунок 2 — Микроразмельчитель шариковый

6.7 Весы лабораторные 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

6.8 Пипетка 1-1а(2)-1(2)-25 по ГОСТ 29227 или автоматический дозатор, позволяющий дозировать 30 см³ с погрешностью менее 10.

6.9 Пробирки П4-20-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

6.10 Фильтровальная бумага ФНС по ГОСТ 12026, фильтр V-образной формы.

6.11 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652 с последующим абсолютированием.

6.12 Изоктан (2,2,4-триметилпентан) по ГОСТ 4095, безводный свежеперегнанный, фракция, перегоняющаяся при температуре 80—120 °С, или

6.13 *n*-гептан по ГОСТ 25828 безводный или

6.14 Петролейный эфир (температурой кипения 90—100 °С) безводный по [2].

Допускается использование другой аппаратуры и реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным.

7 Подготовка к определению

7.1 Подготовка проб

7.1.1 Из средней пробы выделяют семена рапса массой (50 ± 5) г. Выделенные семена очищают от сорной примеси.

7.1.2 Влажность анализируемых семян должна быть не менее 10 %. При большей влажности семена подсушивают в сушильном шкафу при температуре 45 °С не более 12 ч.

Перед измельчением проводят определение влажности в семенах по ГОСТ 10856.

7.1.3 Очищенные и подсушенные семена измельчают в измельчающем устройстве до прохода всей массы измельченного материала через сито с металлотканой сеткой числом отверстий 60—70 на 1 см². Измельченные семена тщательно перемешивают и взвешивают две навески массой по $(2 \pm 0,001)$ г для параллельных определений содержания хлорофилла.

7.2 Подготовка растворителя для экстракции

Для экстракции готовят растворитель, состоящий из смеси безводного этилового спирта — 1 часть и безводного изookтана (или безводного *n*-гептана, или безводного петролейного эфира температурой кипения 90—100 °С) — 3 части.

8 Проведение определения

8.1 Экстракция с применением ножевого микроразмельчителя тканей (рисунок 1)

8.1.1 Микроразмельчитель тканей ножевой — экстрактор блендерного типа, включающий контейнер, в котором устанавливается сосуд с измельченным растительным продуктом и растворителем для получения экстракта. Экстракция проводится при перемешивании ножевой мешалкой, ножи которой вращаются со скоростью 3000 или 5000 об/мин.

Во избежание разбрызгивания экстрагируемого материала сосуд закрывают эбонитовой крышкой с тефлоновой прокладкой (или прокладкой из других материалов, устойчивых по отношению к растворителям).

8.1.2 Взятую по 7.1.3 навеску измельченных семян (около 2 г) помещают в сосуд микроразмельчителя тканей и приливают с помощью пипетки 30 см³ растворителя для экстракции (7.2). Проводят экстракцию, включая прибор 3 раза по 5 мин с перерывами 10 мин, затем дают экстракту отстояться 10 мин и декантируют через бумажный фильтр в пробирку для дальнейшего заполнения оптической кюветы. Пробирку закрывают как можно плотнее для предотвращения испарения растворителя.

Примечание — Помутнение или неоднородность раствора указывает на присутствие влаги в растворе.

8.2 Экстракция в экстракционном сосуде из нержавеющей стали шарикового микроразмельчителя или в экстракционном сосуде шариковой мельницы (рисунок 2)

8.2.1 Микроразмельчитель шариковый (рисунок 2), состоящий из надежно закрывающихся трубчатых сосудов из нержавеющей стали вместимостью $(50 \pm 0,5)$ г с шариками из нержавеющей стали диаметром 16 мм и устройства для встряхивания горизонтально расположенных надежно закрытых сосудов частотой встряхивания 240 мин⁻¹ и горизонтальным смещением 3,5 см; или мельница шариковая с техническими характеристиками, аналогичными мельницам фирмы «Dan-gontau».

8.2.2 В сосуд из нержавеющей стали или в экстракционный сосуд шариковой мельницы взвешивают навеску измельченных семян массой 2 г с точностью до 0,001 г.

Всосуд с помощью пипетки приливают 30 см³ растворителя для экстракции. Если используется трубчатый сосуд из нержавеющей стали, помещают в него три шарика из нержавеющей стали и встряхивают в течение 1 ч. При использовании шариковой мельницы добавляют в сосуд по крайней мере, четыре стальных шарика среднего размера и проводят экстракцию в течение 20 мин.

8.2.3 Дают экстракту отстояться в течение 10 мин и затем декантируют достаточный объем экстракта через бумажный фильтр в пробирку для заполнения оптической кюветы. Закрывают пробирку как можно плотнее для предотвращения испарения.

8.3 Проведение

Профильтрованный экстракт заливают в кювету спектрометра и измеряют поглощение при длинах волн 665, 705 и 625 нм (значения, полученные при 705 и 625 нм, используют для расчета поправки на линии основания).

9 Обработка результатов

Содержание хлорофилла W , мг/кг продукта, рассчитывают по формуле

$$W = \frac{KA_0V}{mI}, \quad (1)$$

где A_0 — скорректированное значение поглощения по линии основания, эквивалентное $A_{665} - (A_{705} + A_{625})/2$;

A_{665} — поглощение при 665 нм;

A_{705} — поглощение при 705 нм;

A_{625} — поглощение при 625 нм;

K — постоянная, равная 13;

I — толщина слоя в оптической кювете, см;

m — масса навески, г;

V — объем растворителя, прилитого в сосуд, см³.

Для выражения содержания хлорофилла в пересчете на сухое вещество нужно провести пересчет с учетом влажности семян, определенной по 7.1.2.

10 Точность определения

10.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух независимых единичных определений, выполненных при использовании одного метода, на идентичном материале, в одной лаборатории, одним и тем же оператором, на одном оборудовании, в течение короткого промежутка времени, не должно превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому значению двух результатов при доверительной вероятности 0,95.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных определений, выполненных одним методом на идентичном испытуемом материале, в различных лабораториях, разными операторами, на различном оборудовании, не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению двух результатов при доверительной вероятности 0,95.

11 Требования техники безопасности

11.1 Работы по приготовлению растворителя, проведению экстракции и фильтрации экстракта проводят в вытяжном шкафу с соблюдением правил личной гигиены.

11.2 Необходимо соблюдать правила безопасности работы с размельчителем проб и микроразмельчителем тканей, а также основные правила работы с электроприборами.

11.3 Изоктан горюч, легковоспламеним, токсичен при вдыхании. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым проводился отбор проб, если он известен;
- ссылку на использованный метод;
- полученный(ые) результат(ы) испытания.

Также должны быть указаны все подробности испытания, не отраженные в настоящем стандарте (или необязательные для применения), а также все случайности, которые могут повлиять на результаты.

Протокол испытания должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

- [1] ТУ 14-4-1374—86 Сетки проволочные стальные для мукомольной промышленности
- [2] ТУ 38-101373—90 Петролейный эфир

ОКС 67.200.20

С19

ОКСТУ 9109

Ключевые слова: семена рапса, хлорофилл, измельчение семян, экстракция пробы, спектрометрическое определение, обработка результатов

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ ИСО 5507—97	Семена масличных культур. Номенклатура	3
ГОСТ 5947—68	Семена хлопчатника технические. Технические условия	12
ГОСТ 9158—76	Семена конопли. Промышленное сырье. Технические условия	21
ГОСТ 9159—71	Семена горчицы (промышленное сырье). Требования при заготовках и поставках. Технические условия	25
ГОСТ 9576—84	Семена подсолнечника. Сортовые и посевные качества. Технические условия	28
ГОСТ 9577—87	Семена арахиса. Сортовые и посевные качества. Технические условия	33
ГОСТ 9578—87	Семена кунжута. Сортовые и посевные качества. Технические условия	36
ГОСТ 9668—75	Семена льна масличного. Сортовые и посевные качества	39
ГОСТ 9669—75	Семена сои. Сортовые и посевные качества. Технические условия	43
ГОСТ 9670—89	Семена горчицы. Сортовые и посевные качества. Технические условия	46
ГОСТ 9823—61	Семена мака масличного. Сортовые и посевные качества	49
ГОСТ 9824—87	Семена рапса и сурепицы. Сортовые и посевные качества. Технические условия	51
ГОСТ 10582—76	Семена льна масличного. Промышленное сырье. Технические условия	56
ГОСТ 10852—86	Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб	58
ГОСТ 10853—88	Семена масличные. Метод определения зараженности вредителями	66
ГОСТ 10854—88	Семена масличные. Методы определения сорной, масличной и особо учитываемой примеси	69
ГОСТ 10855—64	Семена масличные. Методы определения лузжистости	78
ГОСТ 10856—96	Семена масличные. Метод определения влажности	79
ГОСТ 10857—64	Семена масличные. Методы определения масличности	85
ГОСТ 10858—77	Семена масличных культур. Промышленное сырье. Методы определения кислотного числа масла	90
ГОСТ 21820.0—76	Хлопок-сырец семенной и семена хлопчатника. Методы отбора проб	96
ГОСТ 21820.1—76	Семена хлопчатника. Метод определения всхожести	109
ГОСТ 21820.2—76	Семена хлопчатника. Метод определения влажности	115
ГОСТ 21820.3—76	Семена хлопчатника. Методы определения засоренности, механической поврежденности, остаточной волокнистости, остаточной опушенности и горелости	117
ГОСТ 21820.4—76	Семена хлопчатника. Методы определения наличия осыпавшейся протравливающей смеси, выравненности по размерам, зараженности амбарными вредителями	125
ГОСТ 26597—89	Подсолнечник. Метод определения кислотного числа масла с применением pH-метрии	128
ГОСТ 27988—88	Семена масличные. Методы определения цвета и запаха	140
ГОСТ 28238—89	Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла	142
ГОСТ 29141—91 (ИСО 664—90)	Семена масличных культур. Выделение пробы для анализа из средней пробы	146
ГОСТ 29142—91 (ИСО 542—90)	Семена масличных культур. Отбор проб	148
ГОСТ 30025—93	Семена эфиромасличных культур. Метод определения чистоты и отхода семян	155
ГОСТ 30360—96	Семена эфиромасличных культур. Методы определения зараженности болезнями	164
ГОСТ 30361—96	Семена эфиромасличных культур. Методы определения заселенности вредителями	173
ГОСТ 30556—98	Семена эфиромасличных культур. Методы определения всхожести	179
ГОСТ Р 51410—99 (ИСО 729—88)	Семена масличные. Определение кислотности масел	189
ГОСТ Р 51485—99	Семена рапса. Определение содержания хлорофилла спектрометрическим методом	196

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

БЗ 1—2003

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 29.10.2003. Подписано в печать 27.01.2004. Формат 60 × 84 ¹/₈.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 23,72. Уч.-изд.л. 20,50.
Тираж 700 экз. Зак. 2371. Изд. № 3103/2. С 552.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138