# ГОСТ 13979.8-69 Жмыхи и шроты. Методы определения свободной и связанной синильной кислоты (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 13979.8-69

Группа Н69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Методы определения свободной и связанной синильной кислоты

Oilcakes and oilmcals.
Method of determination for free and combined hydrogen cyanide

ОКСТУ 9146

Дата введения 1970-01-01

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 17 февраля 1969 года N 204 срок введения установлен с 01.01.70

Ограничение срока действия снято по протоколу N 2-92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)

ВЗАМЕН ГОСТ 5983-51 в части методов определения синильной кислоты

ИЗДАНИЕ с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1982 года, июне 1987 года (ИУС 4-83, 9-87)

Настоящий стандарт распространяется на жмыхи и шроты, получаемые при переработке плодовых косточек, и устанавливает методы качественного и количественного определения синильной кислоты.

Количественное определение синильной кислоты проводят в случае положительных результатов, полученных при качественном определении.

Методы основаны на выделении синильной кислоты путем гидролиза и определении ее при помощи характерных реакций с солями железа (качественное определение) или с солями серебра (количественное определение по Либиху).

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 13979.0-86.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения испытаний должны применяться следующие аппаратура, реактивы материалы:

Весы лабораторные по ГОСТ 24104-88\* класса точности 3 или 4 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 500 г или другие весы с тем же классом точности.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104-2001.

Измельчитель механический или мельница электрическая лабораторная или бытовая с числом оборотов не менее 5000 об/мин или ступка фарфоровая по ГОСТ 9147-80 или бронзовая.

Сито металлическое штампованное с отверстиями диаметром 1 мм из набора лабораторных сит.

Электроплитка.

Баня водяная с электронагревом.

Парообразователь.

Колбы конические Кн-1-250, Кн-2-250 по ГОСТ 25336-82.

Колбы круглодонные К-1-250 ТС, КГУ-2-1-500 ТС по ГОСТ 25336-82.

Чашка выпарительная 3, 4 по ГОСТ 9147-80.

Холодильник ХШ-1-2 по ГОСТ 25336-82.

Алонж АИО по ГОСТ 25336-82.

Бюретка 1-1-10-0,05, 2-1-10-0,05, 3-1-10-0,05, 1-2-10-0,05 по НТД.

Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336-82.

Изгиб И75° 2К по ГОСТ 25336-82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, 10%-ный раствор.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148-78, 5%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, 10%-ный раствор.

Железо хлорное по ГОСТ 4147-74, 5%-ный водный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817-77, 10%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор молярной концентрации (AgNO)=0,1 моль/дм (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.3-83.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, 1,5%-ный раствор.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Допускается применение посуды по классу точности не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Качественное определение

В водную вытяжку из 10 г испытуемого материала, измельченного до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм (на 10 г берут 50 мл дистиллированной воды, настаивают 3 ч и затем фильтруют), добавляют 5 см раствора едкого натра, 1 см раствора сернокислого железа и кипятят 30 мин. После этого раствор подкисляют соляной кислотой до получения кислой реакции, которую определяют по лакмусу, и добавляют несколько капель водного раствора хлорного железа. При наличии синильной кислоты раствор окрашивается в синий цвет.

3.2. Количественное определение

20 г жмыха или шрота, измельченного до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм, взвешивают на весах 2 или 3-го класса точности (результат записывают с точностью до второго десятичного знака) и помещают в круглодонную колбу, добавляют в нее 250 смдистиллированной воды, предварительно нагретой до 45-50 °С. Закрыв оба отверстия колбы, тщательно перемешивают содержимое и выдерживают на водяной бане при 45-50 °С в течение 2,5-3 ч, после чего подкисляют добавлением 10 см раствора винной кислоты. Колбу устанавливают на кипящей водяной бане и соединяют с парообразователем и холодильником, как указано на черт.1. К холодильнику присоединяют приемную круглодонную колбу вместимостью 250 см, предварительно налив в нее 5-10 см раствора гидроокиси калия.

### Черт.1. Схема отгонки синильной кислоты

**Схема отгонки синильной кислоты**



1 - круглодонная колба; 2 - приемная колба; 3 - алонж; 4 - холодильник; 5 - парообразователь

Черт.1

Во время отгонки трубка, подводящая пар в колбу, и конец алонжа холодильника должны быть погружены в жидкость. Отгонку ведут до получения 100 см дистиллята. Собранный дистиллят переносят в коническую колбу вместимостью 250 см и быстро титруют раствором азотнокислого серебра при интенсивном взбалтывании. Перед концом титрования исчезает молочно-белый и появляется сиреневатый оттенок титруемой жидкости. После появления сиреневатого оттенка азотнокислое серебро добавляют постепенно по каплям до появления неисчезающего при взбалтывании осадка.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободной и связанной синильной кислоты () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса азотнокислого серебра, содержащаяся в 1 см раствора молярной концентрации (AgNO)=0,1 моль/дм, г;

 - объем раствора азотнокислого серебра концентрацией (АgNО)=0,1 моль/дм (0,1 н.), израсходованный на титрование дистиллята, см;

 - коэффициент пересчета количества азотнокислого серебра на синильную кислоту;

 - масса исследуемого жмыха или шро

та, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5%.

Относительная погрешность метода при доверительной вероятности 0,95 составляет 4%.

Все вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака.

Раздел 4. (Измененная редакция, Изм. N 2).