ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51636— 2000

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Фотометрический с применением 2,4-динитрофенола и перманганатный методы определения массовой доли водорастворимых углеводов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы», Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса и Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 8 августа 2000 г. № 202-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2020 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартинформ, оформление, 2020

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов и характеристика погрешности результатов . . . 2
4 Требования техники безопасности . . . 2
5 Фотометрический метод с применением 2,4-динитрофенола . . . 2
5.1 Аппаратура, материалы и реактивы . . . 2
5.2 Подготовка к испытанию . . . 3
5.3 Проведение испытания . . . 4
5.4 Обработка результатов . . . 5
6 Перманганатный метод . . . 6
7 Контроль точности анализов . . . 8
Библиография . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Фотометрический с применением 2,4-динитрофенола и перманганатный методы определения массовой доли водорастворимых углеводов

Fodders, mixed fodders and animal feed raw stuffs. Photometric with 2,4-dinitrophenol and permanganate methods for determination of water soluble carbohydrates

Дата введения — 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов растительного происхождения, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает фотометрический и титриметрический окислительно-восстановительный методы выполнения измерений массовой доли и массовой доли в сухом веществе водорастворимых углеводов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6038 Реактивы. *D*-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.3 (ИСО 6496—83) Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги[1)]

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

[1)] Действует ГОСТ Р 54951—2012 (ИСО 6496:1999) «Корма для животных. Определение содержания влаги».

Издание официальное

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические условия[1)]

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27262 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб[2)]

ГОСТ 27548 Корма растительные. Методы определения содержания влаги[3)]

ГОСТ 27978 Корма зеленые. Технические условия[4)]

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов и характеристика погрешности результатов

Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов 1 % — 50 %.

Абсолютную погрешность измерений Δ, %, при $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta = 0,50 + 0,1X, \quad (1)$$

где X — массовая доля водорастворимых углеводов, %.

4 Требования техники безопасности

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу с использованием резиновых перчаток.

5 Фотометрический метод с применением 2,4-динитрофенола

Сущность метода заключается в восстановлении редуцирующими сахарами 2,4-динитрофенола и фотометрическом определении оптической плотности полученного раствора.

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений типа ИПР-2 или других аналогичных типов, обеспечивающий измельчение проб на отрезки длиной 1—3 см.

[1)] Действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2)] Действует ГОСТ ISO 6497—2014 «Корма. Отбор проб».

[3)] Действует ГОСТ 31640—2012 «Корма. Методы определения содержания сухого вещества».

[4)] Действует ГОСТ Р 56912—2016.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных типов, обеспечивающая измельчение проб влажностью 2 % — 14 % до прохода не менее 90 % пробы через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторного типа СЭШ-3М, обеспечивающие поддержание температуры от 0 °С до 65 °С с погрешностью ± 2 °С.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

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

Весы лабораторные 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная.

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулятором нагрева по ГОСТ 14919.

Секундомер по НД [1].

Холодильник бытовой.

Штативы металлические с гнездами для пробирок.

Фотоэлектроколориметр с пределами измерений оптической плотности от 0 до 1,3; основной погрешностью измерения не более 2,5 % и светофильтром максимумом светопропускания в области (550 ± 25) нм или спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны 550 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Термометр лабораторный, обеспечивающий измерение температуры с погрешностью ± 2 °С по ГОСТ 28498.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Колбы мерные 1(2)—2—25(100,1000) по ГОСТ 1770.

Пробирки стеклянные 1(2,4)—2—50 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2,3,4)—2—50 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2,4,5,6)—2-о(10,20) по ГОСТ 29228.

Бюретки 1(2,3,6)—2—50 по ГОСТ 29252.

Воронки стеклянные диаметром 70 мм по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Глюкоза безводная по ГОСТ 6038, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а.

Фенол по НД [2].

Свинец уксуснокислый основной по НД [3].

2,4-динитрофенол по НД [4].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 27262, ГОСТ 27978.

5.2.2 Подготовка проб

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре 65 °С до состояния, позволяющего размалывать ее на лабораторной мельнице до прохода не менее 90 % через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Пробы комбикормов, искусственно высушенных кормов размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания или при превышении норм содержания влаги, указанных в технических требованиях, после предварительного высушивания.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой в сухом месте.

Массовую долю влаги в пробе определяют по ГОСТ 13496.3 и ГОСТ 27548.

5.2.3 Приготовление растворов

5.2.3.1 Приготовление раствора основного уксуснокислого свинца массовой долей 10 %

К навеске основного уксуснокислого свинца массой 100 г приливают 900 см^3 горячей дистиллированной воды, раствор перемешивают и оставляют на ночь, после чего фильтруют через бумажный фильтр.

5.2.3.2 Приготовление раствора сернокислого натрия массовой долей 16,5 %

Навеску сульфата натрия массой 165 г растворяют в 835 см^3 дистиллированной воды.

5.2.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl)$ = 2,3 моль/дм^3

185 см^3 концентрированной соляной кислоты разбавляют дистиллированной водой до объема раствора 1000 см^3.

5.2.3.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = 2,7 моль/дм^3

Навеску гидроокиси натрия массой 109 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и после охлаждения объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

5.2.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 %

Навеску гидроокиси натрия массой 50 г растворяют в 950 см^3 дистиллированной воды.

5.2.3.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = 0,3 моль/дм^3

240 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 %, приготовленного по 5.2.3.5, разбавляют дистиллированной водой до объема раствора 1000 см^3.

5.2.3.7 Приготовление раствора виннокислого калия-натрия массовой долей 16,66 %

Навеску 4-водного виннокислого калия-натрия массой 100 г растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды.

5.2.3.8 Растворы, приготовленные по 5.2.3.2—5.2.3.7, хранят при комнатной температуре. Свежие растворы готовят по мере их расходования.

5.2.3.9 Приготовление раствора 2,4-динитрофенола

Навеску 2,4-динитрофенола массой 7,145 г растворяют при нагревании в 230 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. В колбу прибавляют 100 г виннокислого калия-натрия, растворенного в 500 см^3 дистиллированной воды, и 2,5 г фенола. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Раствор устойчив в течение двух недель. Хранят его в темном месте при комнатной температуре.

5.2.3.10 Приготовление запасного раствора глюкозы массовой концентрации 1 мг/см^3

1,000 г безводной глюкозы растворяют в предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки такой же дистиллированной водой.

5.2.3.11 Приготовление растворов сравнения глюкозы

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 из бюретки наливают запасной раствор глюкозы в объемах, указанных в таблице 1, и доводят его до метки предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

Таблица 1

Номер колбы	Объем запасного раствора глюкозы, см^3	Масса глюкозы в 100 см^3 раствора сравнения, мг
1	6	6
2	12	12
3	16	16
4	20	20
5	24	24

Запасной раствор и растворы сравнения глюкозы при хранении в холодильнике устойчивы в течение одного месяца.

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Приготовление испытуемого раствора

5.3.1.1 Получение экстракта водорастворимых углеводов

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску испытуемой пробы массой 0,500—2,500 г (в зависимости от ожидаемого содержания водорастворимых углеводов, см. таблицу 2). В колбу

приливают 60 см^3 дистиллированной воды, нагретой до (50 ± 2) °С, и ставят на 15 мин в водяную баню при температуре (50 ± 2) °С.

Таблица 2

Предполагаемое содержание водорастворимых углеводов, %	Рекомендуемая навеска образца, г	Рекомендуемый объем водной вытяжки для кислотного гидролиза, см^3
1—3	2,500	20
3—7	1,000	15
7—15	0,500	15
Более 15	0,500	5

5.3.1.2 Осветление экстракта водорастворимых углеводов

К охлажденному до комнатной температуры раствору приливают 3 см^3 раствора основного уксуснокислого свинца массовой долей 10 % и тщательно перемешивают. Затем жидкости дают несколько отстояться и в колбу приливают 9 см^3 раствора сернокислого натрия массовой долей 16,5 %. Содержимое колбы перемешивают и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Снова перемешивают, дают осадку отстояться, после чего фильтруют в сухую коническую колбу через бумажный фильтр.

5.3.1.3 Проведение гидролиза

Отбирают 5—20 см^3 фильтрата (см. таблицу 2) в мерную колбу вместимостью 25 см^3 или в пробирку вместимостью 50 см^3. Объем раствора доводят до 20 см^3 дистиллированной водой. Затем приливают 3 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 2,3 моль/дм^3 и помещают в кипящую водяную баню, уровень воды в которой должен быть выше уровня жидкости в колбе или пробирке. После гидролиза в течение 5 мин раствор охлаждают в водопроводной воде до комнатной температуры и доводят его объем до 25 см^3 раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 2,7 моль/дм^3. Если после перемешивания появляется осадок, раствор фильтруют через бумажный фильтр.

5.3.1.4 Окрашивание растворов и измерение их оптической плотности

В пробирку вместимостью 20 см^3 помещают 2 см^3 испытуемого раствора. В такие же пробирки переносят по 2 см^3 растворов сравнения. Затем во все пробирки приливают по 6 см^3 раствора 2,4-динитрофенола, приготовленного по 5.2.3.9. Для получения нулевого раствора, против которого в дальнейшем проводят фотометрирование окрашенных растворов, в пробирку вместимостью 20 см^3 помещают 2 см^3 испытуемого раствора, к которому приливают 6 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,3 моль/дм^3. Пробирки закрывают притертыми пробками, тщательно перемешивают их содержимое. Затем пробирки открывают, устанавливают в штатив и помещают на 6 мин в кипящую водяную баню. При этом необходимо следить, чтобы в пробирки не попала вода.

При восстановлении 2,4-динитрофенола редуцирующими сахарами окраска раствора меняется от желтой до коричневой. Затем пробирки охлаждают в холодной водопроводной воде в течение 3 мин. Окраска раствора сохраняется стабильной в течение 30 ч.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания при длине волны (550 ± 25) нм или на спектрофотометре при длине волны 550 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм против нулевого раствора. Оптическую плотность каждого раствора измеряют два раза и из полученных значений определяют среднеарифметическое значение. Измерение проводят в диапазоне оптической плотности от 0,10 до 0,40. При получении более высокого значения оптической плотности окрашивание повторяют, разбавив испытуемый раствор дистиллированной водой.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, где на оси абсцисс откладывают значения массы глюкозы (мг) в 100 см^3 растворов сравнения, а по оси ординат — среднеарифметическое значение двух измерений оптической плотности окрашенных растворов.

5.4.2 Массовую долю водорастворимых углеводов в испытуемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2 4} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса глюкозы, найденная по графику, в 100 см^3 испытуемого раствора, мг;
V_1 — объем экстракта водорастворимых углеводов, см^3;
V_2 — объем экстракта водорастворимых углеводов, взятый для гидролиза, см^3;
m — масса навески, мг;
4 — коэффициент пересчета массы водорастворимых углеводов на объем испытуемого раствора (100:25);
100 — коэффициент пересчета, %.

Результаты анализа вычисляют до второго и округляют до первого десятичного знака.

Массовую долю водорастворимых углеводов в сухом веществе X_c, %, вычисляют по формуле

$$X_c = \frac{X}{100 - W} \cdot 100, \quad (3)$$

где W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Представление результатов анализа и контроль точности по разделу 7.

6 Перманганатный метод

Метод основан на восстанавливающей способности редуцирующих сахаров и их титриметрическом определении.

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы по 5.1 со следующим дополнением:

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или электровакуумный с разрежением 13 Па.

Колбы с тубусом 1—500 или 2—500 по ГОСТ 25336.

Воронка ВФ-1 ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х. ч., ч. д. а.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х. ч., ч. д. а.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч., ч. д. а.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч. или стандарт-титр по НД [5].

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч.

Аммоний железа (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) по НД [6].

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Отбор проб по 5.2.1.

6.2.2 Подготовка проб по 5.2.2.

6.2.3 Приготовление растворов по 5.2.3 со следующими дополнениями:

6.2.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка

Навеску 2-водного уксуснокислого цинка массой 230 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.2 Приготовление раствора сернокислого цинка

Навеску 7-водного сернокислого цинка массой 300 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.3 Приготовление раствора железистосинеродистого калия

Навеску 3-водного железистосинеродистого калия массой 150 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.4 Приготовление раствора сернокислой меди

Навеску 5-водной сернокислой меди массой 40 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.5 Приготовление щелочного раствора виннокислого калия-натрия

Навеску 4-водного виннокислого калия-натрия массой 200 г и навеску гидроокиси натрия массой 150 г растворяют в дистиллированной воде. После охлаждения объем раствора доводят до 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

6.2.3.6 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

Навеску 12-водных железоаммонийных квасцов массой 100 г растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. К раствору осторожно приливают 109 $см^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

6.2.3.7 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации $c(1/5\ KMnO_4)$ = = 0,004 моль/$дм^3$

Навеску марганцовокислого калия массой 0,632 г растворяют в прокипяченной горячей дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. После охлаждения объем раствора доводят до метки прокипяченной дистиллированной водой.

В случае использования стандарт-титра содержимое ампулы стандарт-титра марганцовокислого калия растворяют в прокипяченной горячей дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. После охлаждения объем раствора доводят до метки прокипяченной дистиллированной водой. Полученный раствор разбавляют в пять раз прокипяченной дистиллированной водой.

Приготовленные растворы марганцовокислого калия используют для анализов не ранее чем через неделю. Перед использованием для анализов, если раствор приготовлен не из стандарт-титра, для уточнения его концентрации определяют поправочный коэффициент. Для этого 0,126 г 2-водной щавелевой кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. В колбу приливают 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 20 $см^3$ раствора щавелевой кислоты, содержимое колбы нагревают на водяной бане до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V_{мк}}, \qquad (4)$$

где 20 — объем взятой для титрования щавелевой кислоты, $см^3$;

$V_{мк}$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование раствора щавелевой кислоты, $см^3$.

Раствор марганцовокислого калия хранят в бутыли из темного стекла. Через 3 мес хранения повторяют определение поправочного коэффициента.

6.2.3.8 Растворы, приготовленные по 6.2.3.2—6.2.3.7, хранят при комнатной температуре и готовят по мере их расходования.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Приготовление испытуемого раствора

6.3.1.1 Получение экстракта водорастворимых углеводов по 5.3.1.1.

6.3.1.2 Осветление экстракта водорастворимых углеводов по 5.3.1.2.

Осветление также можно проводить с использованием растворов уксуснокислого или сернокислого цинка и железистосинеродистого калия. В этом случае к охлажденному до комнатной температуры экстракту водорастворимых углеводов добавляют по 2 $см^3$ раствора уксуснокислого или сернокислого цинка и раствора железистосинеродистого калия, встряхивают, дают отстояться в течение 10 мин и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы снова перемешивают, дают отстояться и фильтруют в сухие конические колбы через бумажный фильтр.

6.3.1.3 Проведение гидролиза по 5.3.1.3.

6.3.1.4 Проведение окислительно-восстановительных реакций

В пробирку помещают 3 $см^3$ испытуемого раствора, приливают по 3 $см^3$ растворов сернокислой меди и щелочного раствора виннокислого калия-натрия. Пробирку после взбалтывания помещают в кипящую водяную баню на 6 мин, затем в сосуд с холодной водопроводной водой и охлаждают до комнатной температуры. Раствор над выпавшим в осадок оксидом меди (I) должен быть синего цвета от

избытка ионов меди. Если раствор над осадком обесцвечивается, то определение повторяют с предварительно разбавленным испытуемым раствором.

Жидкость над осадком оксида меди (I) фильтруют с помощью водоструйного или электровакуумного насоса в колбу с тубусом (колбу Бунзена) через фильтрующую воронку, стараясь по возможности не переносить осадок на фильтр. Для предотвращения окисления меди (I) до меди (II) осадок на фильтре и в пробирке должен быть все время покрыт жидкостью. Осадок в пробирке промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды температурой 70 °С — 80 °С, сливая горячую жидкость через фильтр. Закончив промывание, фильтрующую воронку быстро и осторожно переносят на другую чистую колбу для отсасывания.

После последнего промывания водой в пробирку с осадком для его растворения приливают 5 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, смывая им стенки пробирки. После растворения осадка жидкость из пробирки сливают по палочке на фильтрующую воронку. При этом растворяется и та часть оксида меди (I), которая попала на фильтр при промывании осадка водой. Пробирку несколько раз промывают небольшими порциями дистиллированной воды температурой 70 °С — 80 °С, которые также сливают на фильтр, давая каждый раз стечь жидкости с фильтра и собирая все промывные воды в колбе для отсасывания.

Фильтрующую воронку вынимают из колбы и фильтрат сразу титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы. Одновременно проводят контрольный опыт, включая все стадии анализа, за исключением взятия навески испытуемой пробы.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю водорастворимых углеводов X_1, %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_0)K0,0007V_1V_3}{V_2V_4m} \cdot 100, \quad (5)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$;

V_0 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

K — поправочный коэффициент к концентрации раствора марганцовокислого калия, определенный по 6.2.3.7;

0,0007 — масса глюкозы, соответствующая 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации $c(1/5\ KMnO_4)$ = 0,004 моль/$дм^3$, мг/$см^3$;

V_1 — объем экстракта водорастворимых углеводов, $см^3$;

V_3 — объем гидролизата, $см^3$;

V_2 — объем экстракта водорастворимых углеводов, взятый для гидролиза, $см^3$;

V_4 — объем гидролизата, взятый для анализа, $см^3$;

m — масса навески испытуемой пробы, г;

100 — коэффициент пересчета, %.

Массовую долю водорастворимых углеводов в сухом веществе X_{1c}, %, вычисляют по формуле

$$X_{1c} = \frac{X_1 - 100}{100 - W}, \quad (6)$$

где W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Представление результатов анализа и контроль точности — по разделу 7.

7 Контроль точности анализов

Внутренний оперативный контроль (ВОК) точности анализов включает контроль сходимости, воспроизводимости и точности результатов анализов.

При превышении нормативов ВОК точности проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов анализы приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.1 Сходимость параллельных определений контролируют для каждой анализируемой пробы. Абсолютное расхождение между результатами параллельных определений d, %, не должно превышать в 95 % случаев значение, которое вычисляют по формуле

$$d = 0,1 + 0,08\bar{X}, \quad (7)$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое двух параллельных определений, %.

Значение абсолютной погрешности результата анализа Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,50 + 0,1\bar{X}. \quad (8)$$

Результат анализа представляют в виде: $(\bar{X} \pm \Delta)$ % при $P = 0,95$.

7.2 Для контроля воспроизводимости используют рабочие пробы.

Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, получая два результата анализа в разных лабораториях или в одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, то есть используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов или анализы выполняют в разные дни или два различных аналитика.

Абсолютное расхождение между двумя результатами, полученными в разный условиях D, %, не должно превышать в 95 % случаев значение, которое вычисляют по формуле

$$D = 0,7 + 0,13\bar{X}, \quad (9)$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое двух определений, выполненных в разных условиях, %.

Периодичность проведений ВОК воспроизводимости — не реже одного раза в месяц.

7.3 Для проведения ВОК точности используют отраслевые стандартные образцы (ОСО). Наименования ОСО, аттестованные значения массовой доли водорастворимых углеводов и погрешность аттестации приводятся в таблице 3.

Таблица 3

Наименование отраслевого стандартного образца	Аттестованное значение массовой доли водорастворимых углеводов, $X_{ат}$, %	Погрешность аттестации, %
ОСО 1088—98 Сено бобово-злаковое	13,59	0,48
ОСО 1089—98 Мука пшеничная	8,11	0,20
ОСО 1090—98 Зерно овса	3,47	0,14

Точность контрольных анализов признают удовлетворительной, если $|\bar{X} - X_{ат}| < 0,5 + 0,1X_{ат}$, где $\bar{X}$ и $X_{ат}$ — результат анализа ОСО и аттестованное значение массовой доли водорастворимых углеводов, %.

Контроль точности анализов проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, аппаратуры, после длительного перерыва в работе.

7.4 Результаты ВОК заносят в специальный журнал контроля.

Библиография

[1]	ТУ 25-1819.0021—90	Секундомеры механические «Слава»
[2]	ТУ 6-09-5303	Фенол. Технические условия
[3]	ТУ 6-09-4140	Свинец уксуснокислый основной. Технические условия
[4]	ТУ 6-09-2639	2,4-динитрофенол. Технические условия
[5]	ТУ 6-09-2540	Стандарт-титры. Калий марганцовокислый 0,1 н.
[6]	ТУ 6-09-5359	Аммоний железа (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные). Технические условия

УДК 636.086.001.4:006.354 ОКС 65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, водорастворимые углеводы, массовая доля, 2,4-динитрофенол, фотометрический метод, перманганатный метод, контроль точности анализов

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 02.07.2020. Подписано в печать 24.11.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,17.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru