ГОСТ 13496.18—85

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА ЖИРА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.085.3:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения кислотного числа жира

ГОСТ 13496.18—85

Mixed fodder and fodder raw stuff.
Methods for determination of fat acid value

МКС 65.120
ОКСТУ 9209 9709

Дата введения 01.07.86

Настоящий стандарт устанавливает методы потенциометрического и объемного титрования для определения кислотного числа жира в комбикормах, а также в комбикормовом сырье.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681 и ГОСТ 8285.

2. МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Сущность метода заключается в потенциометрическом титровании свободных жирных кислот, извлеченных из продукта экстрагированием смесью хлороформа и этилового спирта.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

мельницу лабораторную марки ЛЗМ;

сито металлическое с отверстиями диаметром 1 мм;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, не ниже 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 и 500 г или другие весы того же класса точности*;

аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1;

вакуум-насос Комовского;

мешалку магнитную типа ММ-3М;

pH-метр типа pH-673 или иономер универсальный типа ЭВ-74;

электрод стеклянный ЭСЛ-43—07;

электрод вспомогательный хлорсеребряный ЭВЛ-1М3;

баню песчаную или лампу инфракрасную мощностью 500 Вт;

эксикатор по ГОСТ 25336;

бюксы металлические диаметром 50 мм, высотой 38 мм;

бюретки исполнений 1, 2, 3, вместимостью 10 и 25 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29251;

колбу с тубусом вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;

колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;

стаканы стеклянные вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336;

колбы мерные исполнений 1, 2, 3, 4, вместимостью 100 и 1000 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

пипетки исполнений 2, 3, вместимостью 50 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29227;

воронки Бюхнера 4 или 5 по ГОСТ 9147;

ступку фарфоровую с пестиком по ГОСТ 9147;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;

калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрации c (KOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), или фиксанал;

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1, или фиксанал;

хлороформ технический по ГОСТ 20015;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый для бутадиена по ОСТ 38.02386, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерения, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Подготовка проб*

Из объединенной пробы комбикормов или сырья выделяют среднюю пробу, масса которой должна быть не менее 500 г. Пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Трудноизмельчаемый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступе добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленные для испытаний пробы хранят в стеклянной таре или пластмассовой банке в сухом месте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. *Приготовление раствора гидроокиси калия концентрации с (KOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)*

Навеску гидроокиси калия массой 5,611 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в этиловом спирте и доводят объем спиртом до метки.

Коэффициент поправки спиртового раствора гидроокиси калия устанавливают по раствору серной кислоты концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³. Для этого в колбу приливают 20 см³ серной кислоты, добавляют 2 капли фенолфталеина и титруют приготовленным раствором гидроокиси калия до бледно-розовой окраски. Объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование раствора серной кислоты, вычисляют как среднеарифметическое результатов трех определений.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси калия (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1 \cdot K_1}{V},$$

где V_1 — объем раствора серной кислоты, взятый для титрования, см³;

K_1 — коэффициент поправки раствора серной кислоты;

V — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 20 см³ раствора серной кислоты, см³.

2.2.3. *Приготовление экстрагирующей смеси*

Смешивают 1 часть этилового спирта и 2 части хлороформа. В смесь добавляют пять капель раствора фенолфталеина и, для устранения примесей, возможных в экстрагирующей смеси, нейтрализуют раствором гидроокиси калия до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. При испытании комбикормов или шротов берут навеску массой 25 г, при испытании мясокостной муки — массой 10 г, при испытании белково-жирового концентрата или рыбной муки — массой 2 г. Навеску переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 80 см³ спирто-хлороформной смеси. Полученную суспензию встряхивают в течение 5 мин на аппарате для встряхивания, затем фильтруют с помощью вакуумного насоса, используя при этом воронку Бюхнера с бумажным фильтром и колбу с тубусом.

Профильтрованный экстракт переносят в колбу вместимостью 100 см³. В нее же добавляют остатки экстракта со стенок колбы с тубусом, смывая их два раза 10 см³ спирто-хлороформной смеси. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Для титрования в стакан вместимостью 50 см³ пипеткой вносят 30 см³ экстракта и опускают туда же смесительный стержень. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, включают ее и затем опускают в стакан электроды pH-метра.

Титрование экстракта раствором гидроокиси калия проводят до эквивалентной точки в интервале pH от 10 до 12.

После каждого определения электроды обмывают спирто-хлороформной смесью.

2.3.2. Для определения массы жира одновременно с отбором экстракта для титрования отбирают еще 15 см³ экстракта и помещают его в предварительно высушенную до постоянной массы металлическую бюксу. Бюксу с экстрактом помещают на песочную баню, нагретую до 200 °С, и выпаривают до полного исчезновения запаха хлороформа (8—10 мин). Наружную поверхность бюксы тщательно очищают от песка, бюксу охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Для сушки жира используют также инфракрасную лампу. Для этого бюксу с экстрактом помещают на асбест под центр лампы на расстоянии 90 мм от нее и сушат в течение 15 мин. Затем бюксу закрывают крышкой, выдерживают в эксикаторе в течение 10—15 мин и взвешивают.

Массу жира, содержащегося в 30 см³ экстракта, взятого для титрования, вычисляют по разности массы бюксы с высушенным жиром и пустой бюксы и умножают на 2.

2.4. Обработка результатов

Кислотное число жира (X) в миллиграммах гидроокиси калия на 1 г жира вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}611 \cdot K \cdot V}{m},$$

где 5,611 — массовая концентрация гидроокиси калия в растворе молярной концентрации 0,1 моль/дм³, мг/см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси калия;

V — объем раствора гидроокиси калия, пошедший на титрование, см³;

m — масса жира, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений (d) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать

$$d = 0{,}04 + 0{,}083\overline{X},$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления производят с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Погрешность методики выполнения измерений составляет ± 0,4 мг.

3. МЕТОД ОБЪЕМНОГО ТИТРОВАНИЯ

Сущность метода заключается в объемном титровании свободных жирных кислот, извлеченных из продукта экстрагированием эфиром или хлороформом в стеклянной колонке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

мельницу лабораторную марки ЛЗМ;

сито металлическое с отверстиями диаметром 1 мм;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г;

стеклянную колонку вместимостью 250—500 см³, диаметром 50 мм, высотой 230—250 мм с оттянутым концом;

микробюретки 1—1/2,3/—2—5—0,02 по ГОСТ 29251, исполнения 1, 1, 3, 2-го класса точности, вместимостью 5 см³, с ценой деления 0,1 см³;

колбы конические вместимостью 100—150 см³ по ГОСТ 25336;

цилиндр мерный исполнений 1,3 вместимостью 50 см³ или мензурка вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770.

баню водяную;

колбы мерные исполнений 1, 2, 3, 4, вместимостью 100 и 1000 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

палочки стеклянные;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;

вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556;

чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147;

калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3, или фиксанал;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, или фиксанал;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1, или фиксанал;

эфир серный;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый для бутадиена по ОСТ 38.0286, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

фенолфталеин или тимолфталеин; раствор с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерения, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2. Подготовка проб — по п. 2.2.1.

3.2.1. Приготовление водного раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = = 0,1 моль/дм^3 по п. 2.2.2 с использованием в качестве растворителя вместо этилового спирта дистиллированной воды.

3.2.2. *Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3*

Навеску гидроокиси натрия массой 4 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем воды до метки.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия устанавливают по раствору серной кислоты концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

В колбу приливают 20 см^3 серной кислоты, добавляют 2 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до бледно-розовой окраски.

Объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора серной кислоты, вычисляют как среднеарифметическое результатов трех определений.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия вычисляют, как указано в п. 2.2.2.

3.2.3. **(Исключен, Изм. № 3).**

3.2.4. *Приготовление спирто-эфирной смеси*

Смешивают 2 части эфира и 1 часть спирта, тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.5. *Подготовка установки для экстракции*

В стеклянную колонку вместимостью 250—500 см^3 последовательно помещают ватный тампон, два кружка, вырезанных из фильтровальной бумаги диаметром, несколько превышающим диаметр колонки, затем снова ватный тампон. Общая высота фильтра должна быть около 50 мм. Налитый в колонку эфир или хлороформ должен вытекать из нее со скоростью 40—80 капель в минуту.

3.3. Проведение испытания

При испытании мясокостной и рыбной муки, белково-жирового концентрата берут навеску массой 20—30 г, при испытании комбикормов и кормов растительного происхождения — массой 100 г. Навеску переносят в стеклянную колонку, подготовленную по п. 3.2.5, слегка уплотняют (постукиванием пальцами по колонке), на выравненную поверхность исследуемого продукта помещают небольшой кусок ваты. Колонку закрепляют в штативе и под нее устанавливают фарфоровую выпарительную чашку.

В колонку постепенно приливают серный эфир или хлороформ. При испытании мясокостной и рыбной муки, белково-жирового концентрата приливают около 80 см^3 эфира или хлороформа, при испытании комбикормов и кормов растительного происхождения — 200 см^3. Завершение экстракции жира контролируют, смачивая фильтровальную бумагу вытекающей каплей. Экстракция считается законченной при отсутствии на бумаге жирового пятна. Чашку с экстрактом ставят на водяную баню и выпаривают до полного удаления запаха применяемого экстрагирующего вещества, или оставляют чашку с экстрактом в вытяжном шкафу на ночь для самопроизвольного его испарения.

Из чашки берут навеску жира массой 0,2—0,3 г и переносят в сухую коническую колбу вместимостью 100—150 $см^3$, предварительно взвешенную, после внесения жира колбу вновь взвешивают. Разница между первым и вторым взвешиванием дает величину навески. Взвешивание проводят на аналитических весах 2-го класса точности. Погрешность взвешивания не более 0,002 г.

Затем в колбу приливают 50 $см^3$ спирто-эфирной смеси, причем вначале приливают 25 $см^3$ смеси и стеклянной палочкой растирают, размешивают навеску жира до полного его растворения, оставшейся частью смеси смывают стеклянную палочку, содержимое колбы взбалтывают, добавляют несколько капель соответствующего индикатора (раствор фенолфталеина — при испытании жиров, имеющих светлую окраску, раствор тимолфталеина — при испытании жиров, имеющих темную окраску) и быстро титруют водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия до отчетливого изменения окраски индикатора (фенолфталеина — в розовую, тимолфталеина — в синюю).

3.2.5, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.4. Обработка результатов

Обработка результатов проводится по п. 2.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством заготовок СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.06.85 № 2043**
Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)
Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2894

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4328—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4919.1—77	2.1, 3.1
ГОСТ 6709—72	2.1, 3.1
ГОСТ 8285—91	1.1
ГОСТ 9147—80	2.1, 3.1
ГОСТ 12026—76	2.1, 3.1
ГОСТ 13496.0—80	1.1
ГОСТ 13979.0—86	1.1
ГОСТ 17299—78	2.1, 3.1
ГОСТ 17681—82	1.1
ГОСТ 18300—87	2.1, 3.1
ГОСТ 20015—88	2.1, 3.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1
ГОСТ 24363—80	2.1, 3.1
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.1
ГОСТ 25794.1—83	2.1, 3.1
ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 29251—91	2.1, 3.1
ОСТ 38.0286	2.1, 3.1

4. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.06.91 № 956**

5. **ИЗДАНИЕ (март 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1986 г., июне 1991 г., ноябре 1999 г. (ИУС 3—87, 9—91, 2—2000)**

gost.e-ecolog.ru