МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Корма, комбикорма, комбикормовое сырье

ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ВНИИкормов), Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности (АООТ «ВНИИКП»), МТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

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

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 марта 1998 г. № 68 межгосударственный стандарт ГОСТ 30503—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Пламенно-фотометрический метод определения содержания натрия

Fodders, mixed fodders, mixed fodder raw materials.
Flame photometric method for determination of sodium content

Дата введения 1999—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов, комбикормовое сырье (за исключением минерального сырья, дрожжей кормовых и паприна), муку животного происхождения и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения содержания натрия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7631—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных исследований

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26226—95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой золы

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

ГОСТ 27548—97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 29229—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29230—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 29253—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668, ГОСТ 28736.

4 Пламенно-фотометрический метод определения содержания натрия

Сущность метода заключается в сравнении интенсивности излучения натрия в пламени газ-воздух при введении в него анализируемых растворов сравнения. При этом существует прямая зависимость между интенсивностью излучения в пламени возбужденного натрия и концентрацией его в растворе.

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мельница лабораторная МРП-2.

Сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью ±2 °С.

Бюретки 1(2, 3, 6)-2-50 по ГОСТ 29252, ГОСТ 29253.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Ножницы.

Мезгообразователь МЛ-1.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Тигли фарфоровые № 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Щипцы для тиглей муфельные.

Печь муфельная электрическая типа ПМ-8 или МР-64-0215 по ГОСТ 9736.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

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

Весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан бытовой в баллоне.

Воронки стеклянные лабораторные диаметром 36 или 56 мм по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-2-100(1000) по ГОСТ 1770.

Стаканы химические 1(2)-2-50 по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 4, 5, 6)-2-1(5, 10, 20) по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230 или дозаторы с той же вместимостью с погрешностью дозирования не более 1 %.

Шприц-дозатор для дозирования растворов в объемах 2 $см^3$ с погрешностью не более 1 %.

Пламенный фотометр ФП-101, ПАЖ-1, ПАЖ-2, ФПА-2 и других аналогичных марок.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., ч.д.а.

Водорода пероксид 30 %-ный раствор по ГОСТ 10929, х.ч., ч.д.а. и раствор, разбавленный дистиллированной водой 1:9.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный при температуре 250—300 °С в течение 2 ч.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 *Подготовка проб*

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Среднюю пробу сена, соломы, сенной резки, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 150 г.

Высушивают пробы в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части, перемешивают.

Комбикорма, брикеты, жмыхи, шроты и гранулы размалывают без предварительного подсушивания. Размолотый материал просеивают через сито, остаток на сите измельчают, добавляют к пробе и перемешивают.

Пробы хранят в сухом месте в чистой стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой.

4.2.2 *Приготовление растворов*

Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 20 %.

В колбу вместимостью 1000 см^3 приливают 470 см^3 концентрированной соляной кислоты (d = 1,18 г/см^3), доливают дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,12 моль/дм^3

В колбу вместимостью 1000 см^3 приливают 10,3 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Приготовление раствора хлористого натрия с массовой концентрацией натрия 0,1 мг/см^3

0,255 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре 500 °С в течение 1 ч, растворяют в растворе соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,12 моль/дм^3 и этим же раствором доводят объем до 1000 см^3, тщательно перемешивают. Раствор хранят в темном месте не более 3 мес в склянке с плотно закрывающейся пробкой.

Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 из бюреток вместимостью 10 см^3 и 100 см^3 приливают указанные в таблице 1 объемы раствора хлористого натрия с массовой концентрацией натрия 0,1 мг/см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты c (HCl) = 0,12 моль/дм^3 и перемешивают. Растворы используют для градуировки пламенного фотометра.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см^3	Масса натрия в 100 см^3 раствора сравнения, мг
1	0	0
2	2	0,2
3	5	0,5
4	10	1,0
5	25	2,5
6	50	5,0
7	100	10,0

4.3 Проведение испытания

4.3.1 *Приготовление зольного раствора*

Тигель прокаливают в муфельной печи при температуре (525±25) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В тигель помещают навеску испытуемой пробы массой 0,3—3,0 г (в зависимости от ожидаемого содержания натрия), взвешенную с погрешностью не более 0,001 г. Пробу помещают в тигель без уплотнения, чтобы в ее низкие слои поступал воздух. Пробой заполняют не более $^2/_3$ тигля. Затем тигель с пробой помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 200—250 °С (до появления дыма). Допускается проводить предварительное сжигание пробы у открытой дверцы муфеля, нагретого до темно-красного каления, а также на электрической плитке или газовой горелке, в вытяжном шкафу, избегая воспламенения пробы.

После прекращения выделения дыма температуру муфельной печи доводят до (525±25) °С и ведут озоление в течение 4—5 ч. Отсутствие частиц угля и равномерный серый цвет золы указывают на полное озоление материала.

При наличии несгоревших частиц тигель с золой охлаждают, прибавляют несколько капель дистиллированной воды или 1—2 см³ раствора перекиси водорода, разбавленного дистиллированной водой 1:9. Тигель с золой подсушивают на электроплитке или другим способом и помещают в муфельную печь, продолжая озоление при температуре (525±25) °С в течение 1 ч.

Тигель с золой охлаждают вначале в выключенной муфельной печи, а затем на лабораторном столе (если надо определить сырую золу, то тигли охлаждают 40—50 мин в эксикаторе). Золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 2—3 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1:1, перемешивают стеклянной палочкой, затем приливают 5—10 см³ дистиллированной воды, снова перемешивают и переносят, не фильтруя, через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³. Тигель и воронку тщательно обмывают, раствор доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают осадку отстояться. Одновременно проводят в двух параллельных определениях контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия навески.

Примечание — Для определения натрия допускается использовать сырую золу, полученную по ГОСТ 26226.

При анализе проб костной, мясо-костной или рыбной муки сырую золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и несколькими каплями азотной кислоты, затем приливают 5 см³ 10 %-ной соляной кислоты, доводят до кипения и переносят, не фильтруя, через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³. Тигель и воронку тщательно обмывают дистиллированной водой и доводят раствор в колбе водой до метки, тщательно перемешивают, осадку дают отстояться.

4.3.2 *Фотометрирование растворов*

В стаканы или конические колбочки вместимостью 50 см³ или 100 см³ осторожно, не взмучивая осадка, приливают анализируемые растворы.

После подготовки прибора к работе проводят фотометрирование растворов сравнения в порядке возрастания концентрации натрия, затем фотометрирование зольных растворов. Фотометрирование проводят используя аналитическую спектральную линию 589 нм и воздушно-ацетиленовое или воздушно-пропан-бутановое пламя.

При необходимости исходный зольный раствор разбавляют раствором соляной кислоты c (HCl) = 0,12 моль/дм³ и после перемешивания повторяют измерение. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт в двух параллельных определениях. Нуль гальванометра прибора устанавливают по нулевому раствору сравнения шкалы. После окончания фотометрирования строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю натрия в 100 см³ раствора сравнения, мг, на оси ординат — показания шкалы гальванометра.

4.4 Обработка результатов

Массовую долю натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_1 - M_2) \cdot K \cdot 100}{H}, \qquad (1)$$

где M_1 — масса натрия в 100 см³ раствора золы, найденная по графику, мг;

M_2 — среднее арифметическое значение массы натрия в контрольном опыте, мг;

K — коэффициент, учитывающий разбавление испытуемых растворов;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

H — масса навески мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Массовую долю натрия в пересчете на абсолютно сухое вещество X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где X — массовая доля натрия в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %, определяется по ГОСТ 27548;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс}$), при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс} = 0{,}094\ \overline{X} + 0{,}013; \quad (3)$$

$$D_{абс} = 0{,}338\ \overline{\overline{X}} + 0{,}004, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях, %.

Допускаемую предельную погрешность результата анализа (Δ_{Σ} абс) при односторонней доверительной вероятности $\overline{P} = 0{,}95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\Sigma}\ абс = 0{,}200\ \overline{X} + 0{,}002. \quad (5)$$

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов (СО), если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой долей натрия не превышает $\overline{D}$.

$$\overline{D} = 0{,}239\ X_{атт} + 0{,}003, \quad (6)$$

где $\overline{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, указанного в свидетельстве ,%;

$X_{атт}$ — аттестованное значение анализируемого компонента, взятое из свидетельства.

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат единичного определения.

Контрольные анализы образцов испытуемой пробы и анализы СО проводят в 2 параллельных определениях.

5 Требования техники безопасности

Все работы, связанные с приготовлением растворов кислот, их хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо строго соблюдать требования техники безопасности при работе на электроприборах, а также правила безопасности при работе с горючими газами.

МКС 65.120.19 С19 ОКСТУ 9709, 9209

Ключевые слова: корма, комбикорма, натрий, метод определения, пламенный фотометр

gost.e-ecolog.ru