МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МУКА ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Методы испытаний

ГОСТ 17681—82

Flour of animal origin. Test methods

ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на кормовую муку животного происхождения, костяную муку для минерального подкорма животных и птиц, рого-копытную муку, кормовой белковый концентрат и устанавливает методы испытаний.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

1.1. Точечные пробы муки отбирают чистым сухим щупом по диагонали из каждого вскрытого мешка выборки и составляют объединенную пробу массой не менее 1,5 кг.

При бестарном хранении объединенную пробу отбирают с транспортера (нории, шнека) через равные промежутки времени в течение непрерывной загрузки партии муки в бункер или выгрузки из бункера из расчета 250 г от каждой тонны продукции, но не менее 1,5 кг от партии.

1.2. Объединенную пробу муки тщательно перемешивают и помещают в чистую сухую банку с притертой крышкой.

1.3. Для определения химического состава муки в лаборатории из объединенной пробы партии отбирают 0,5 кг, помещают ее в сухую посуду, тщательно перемешивают, высыпают на бумагу и разравнивают тонким слоем. Затем методом квартования выделяют пробу массой 100—150 г, помещают в ступку или лабораторную мельницу и измельчают. По мере измельчения ее просеивают через сито диаметром отверстий 1,0 мм. Полученный отсев измельчают и просеивают до тех пор, пока вся мука не пройдет через сито. Измельченную и просеянную муку перемешивают.

1.4. Для химического анализа объединенную пробу гранулированной муки измельчают в ступке или лабораторной мельнице.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Определение крупности помола

Сущность метода заключается в определении остатка кормовой муки, полученного после просеивания через сито.

2.1.1. *Аппаратура*

Сита лабораторные диаметром отверстий для кормовой муки 3,0; 5,0 мм, костяной — 2,0 мм, рого-копытной — 3,0; 4,0 мм, кормового белкового концентрата — 3,0; 5,0 мм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 1 кг.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1.2. *Проведение испытания*

Навеску муки массой 500 г, взятую из объединенной пробы, просеивают через сито диаметром отверстий 3,0 мм.

gost.e-ecolog.ru

Остаток переносят в фарфоровую чашку и взвешивают. Массовую долю остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески муки, г;

m_1 — масса остатка муки на сите, г.

2.2. Определение металломагнитных примесей*

Метод основан на использовании магнита для определения металлических частиц.

2.2.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104** 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 1 кг.

Магнит постоянный из сплава марки ЮН13ДК24 по ГОСТ 17809, с магнитной индукцией не менее 120 мТ.

Стаканчик СН-45/1 по ГОСТ 25336.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Бумага белая писчая по ГОСТ 18510.

Эфир этиловый (серный).

Стекло оконное по ГОСТ 111.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Бумага папиросная по ГОСТ 3479 или калька по ГОСТ 892.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. *Проведение испытания*

Навеску муки массой 500 г, взятую из объединенной пробы, распределяют слоем не выше 5 мм на чистом сухом стекле.

Затем полюсами подковообразного магнита, которые предварительно обертывают в один слой папиросной бумагой или калькой, медленно проводят вдоль и поперек рассыпанного продукта таким образом, чтобы он весь был захвачен полюсами магнита (ножки магнита должны проходить в самой толще продукта, слегка касаясь поверхности стекла).

Накопившиеся на магните частицы собирают путем освобождения бумаги от магнита, муку перемешивают для последующего извлечения металломагнитных примесей. Процесс продолжают до полного извлечения металломагнитных частиц. Для отделения продукта, захваченного металломагнитными примесями, их помещают в фарфоровую ступку и тщательно растирают с помощью пестика.

Обработанная таким образом смесь металломагнитных частиц и продукта переносится на лист бумаги и производится повторное отделение магнитом металломагнитных частиц.

Собранные металломагнитные примеси помещают в фарфоровую чашку, два-три раза обезжиривают этиловым (серным) эфиром и высушивают на воздухе до удаления запаха эфира. Затем обезжиренные металломагнитные примеси вторично растирают пестиком, после чего собирают магнитом, осторожно снимают над листом белой бумаги в предварительно взвешенный стаканчик и взвешивают с погрешностью ±0,0002 г. Содержание металломагнитных примесей выражают в миллиграммах на 1 кг муки.

Примечание. Все химические исследования проводят после извлечения металломагнитных примесей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Определение влаги

Сущность метода основана на определении разности массы до и после высушивания.

2.3.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Стаканчики СВ-14/8, СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Бюксы алюминиевые с крышками.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

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

---

* Под металломагнитными примесями понимают притягивающиеся магнитом металлические частицы, содержащиеся в продукте.

** С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее)

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1,84 г/см^3.

Аппарат для сушки САЛ.

2.3.2. *Проведение испытания*

5 г муки взвешивают с допустимой погрешностью не более ±0,001 г в предварительно высушенной при 100—105 °С до постоянной массы и взвешенной бюксе.

Бюксу с навеской муки и крышку к ней помещают в сушильный шкаф, высушивают при температуре 100—105 °С. После этого бюксу вынимают, закрывают крышкой и ставят в эксикатор с предварительно прокаленным хлористым кальцием или серной кислотой для охлаждения. После охлаждения бюксу с навеской взвешивают. Первое взвешивание проводят через 2 ч, последующие — через 1 ч. Высушивание продолжают до получения постоянной массы. Высушивание считают законченным, если разность двух последних взвешиваний не превышает 0,005 г.

2.3.3. *Проведение испытания*

Открытые бюксы и крышки к ним высушивают в течение 30 мин при температуре (130±2) °С, охлаждают и взвешивают. Затем в бюксы помещают навеску продукта около 5 г, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Открытые бюксы и крышки к ним помещают в сушильный шкаф или аппарат для сушки САЛ. Высушивание продолжают в течение 40 мин при температуре (130±2) °С. Затем бюксы охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.3.1—2.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3.4. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса бюксы с навеской до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы с навеской после высушивания, г;

m — навеска муки, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать ±0,3 %.

Результат записывают до первого знака после запятой.

При массовой доле влаги меньше нормы все химические показатели муки пересчитывают на нормируемую влажность по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m\,[1 + 0{,}01\,(W - W_1)\,]},$$

где X — массовая доля протеина, жира, золы или клетчатки, %;

m_1 — масса протеина, жира, золы или клетчатки в навеске муки, г;

m — масса навески муки, г;

W — нормируемая массовая доля влаги, %;

W_1 — фактическая массовая доля влаги, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4—2.4.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.5. Определение жира рефрактометром (производственный метод для мясокостной муки)

Сущность метода основана на определении показателей преломления экстрагированного жира в сравнении с растворителем.

2.5.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Рефрактометр универсальный.

Ультратермостат.

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

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры бумажные.

Воронка В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—25, В-1—50 по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Зажим Мора.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Песок прокаленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Монобромнафталин технический или α-монобромнафталин.

2.5.2. *Проведение испытания*

2 г муки взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в фарфоровую ступку и добавляют к ней из бюретки без крана с каучуковой трубкой и с зажимом Мора 1,3 см³ прокаленного песка (что соответствует приблизительно 2,5 г) и из другой бюретки — 4,3 см³ монобромнафталина (что соответствует приблизительно 6 г).

Песок и монобромнафталин удобнее добавлять не по массе, а по объему, но для каждой новой партии монобромнафталина необходимо определять массу объема 4,3 см³, причем для более точного определения массы берут среднее значение трех-четырех взвешиваний.

Содержимое ступки тщательно растирают в течение 4—5 мин, после чего отфильтровывают через складчатый фильтр.

Отфильтрованный раствор перемешивают стеклянной палочкой и ею же наносят несколько капель на призму рефрактометра с таким расчетом, чтобы вся поверхность призм была хорошо смочена раствором. Показатели преломления раствора и чистого растворителя измеряют при постоянной температуре 20 °С, для чего через призмы рефрактометра пропускают воду из ультратермостата.

2.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю жира (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{10^4 \cdot \alpha \, (H_0 - H) \cdot m_1}{m},$$

где α — показатель отношения процентного содержания жира в растворителе к разности показателя преломления растворителя и раствора.

Показатель для мясокостной муки равен 0,0391;

H_0 — показатель преломления чистого растворителя;

H — показатель преломления испытуемого раствора;

m_1 — масса растворителя, г;

m — масса навески муки, г.

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

Результат записывают до первого знака после запятой.

2.5.1—2.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.6. Определение жира ускоренным методом (производственный метод)

Сущность метода основана на экстракции жира растворителем из высушенной навески.

2.6.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Бюксы алюминиевые с крышками.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором.

Эфир петролейный.

Эфир этиловый.

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

2.6.2. *Проведение испытания*

Из высушенной навески (при определении влаги) экстрагируют жир путем 4—5-кратной заливки растворителя в бюксу (по 20—15 см³) с экспозицией 3—4 мин при периодическом перемешивании.

Растворитель с извлеченным жиром каждый раз сливают. После последнего слива и испарения остатка растворителя на воздухе бюксу с обезжиренной навеской подсушивают при температуре 100—105 °С в течение 10 мин и взвешивают.

2.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю жира (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100 ,$$

где m_1 — масса бюксы с навеской после высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с навеской после обезжиривания, г;

m — масса навески муки, взятая для определения влаги, г.

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Результат записывают до первого знака после запятой.

2.7. Определение золы (минеральных примесей) нерастворимой в соляной кислоте

Сущность метода основана на озолении муки с последующим растворением в соляной кислоте.

2.7.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Баня водяная лабораторная.

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

Щипцы для тиглей муфельные.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Печь муфельная электрическая.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—25, В-2—50 по ГОСТ 25336.

Воронка В-36 50 ХС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором.

Фильтр беззольный диаметром 7 см.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1,84 г/см^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %.

2.7.2. *Проведение испытания*

5 г муки взвешивают с допустимой погрешностью ±0,001 г и озоляют в фарфоровом тигле. Золу переносят в стакан, обрабатывают 50 см^3 раствора соляной кислоты, закрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения кальциевых и магниевых солей.

Полученный раствор фильтруют через беззольный фильтр, промывают осадок водой до исчезновения реакции на хлор (проба раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с примесями сушат на воронке в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С, переносят в предварительно прокаленный при температуре 600—700 °С до постоянной массы фарфоровый тигель, сжигают в муфельной печи при температуре 600—700 °С, охлаждают в эксикаторе с серной кислотой и взвешивают. Первое взвешивание проводят через 1,5 ч, а последующие — через каждые 30 мин прокаливания в муфельной печи.

Прокаливание считают законченным, если разница между двумя последними взвешиваниями не превышает 0,001 г.

2.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю минеральных примесей (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} ,$$

где m_2 — масса прокаленного остатка с тиглем, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — навеска муки, г.

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Результат записывают до второго знака после запятой.

2.6.1—2.7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.8—2.9.4. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.10. Фотометрический метод определения протеина

Сущность метода основана на минерализации навески кормовой муки в серной кислоте и фотометрическом измерении интенсивности окраски индофенолового синего, пропорционального количеству аммиака в минерализате.

2.10.1. *Аппаратура, реактивы и материалы*

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

Спектрофотометр марки СФ-4, СФ-26 или фотоэлектроколориметр марки 56 ПМ или других аналогичных марок.

Промывалка стеклянная лабораторная.

Пробирки П 2Т—25 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кьельдаля 2—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см^3.

Колбы мерные наливные 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56—80 ХС, В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики СН-34/12, СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Фильтры беззольные, бумажные.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний сернокислый, х. ч., по ГОСТ 3769.

Известь хлорная по ГОСТ 1692.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Фенол по ТУ 6—09—5303.

Натрий нитропруссидный, ч.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068 или ГОСТ 244—76 или его фиксанал.

Натрия гипохлорид или натрия дихлоризоцианурат.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч. или ч. д. а.

2.10.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление реактива 1

10 г фенола и 0,05 г нитропруссида натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 дистиллированной водой, объем колбы доводят до метки.

Приготовление реактива 2

5 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1000 см^3, после охлаждения добавляют количество исходного раствора гипохлорита натрия из расчета его содержания 0,42 г/дм^3 или 0,2 г дихлоризоцианурата натрия и доводят объем колбы дистиллированной водой до метки.

Приготовленные реактивы хранят в темной посуде в холодильнике не более 2 мес.

Приготовление исходного гипохлорита натрия

В стакане вместимостью 500 см^3 перемешивают 150 г хлорной извести с 250 см^3 дистиллированной воды, в другом стакане в 250 см^3 дистиллированной воды растворяют 105 г углекислого натрия, затем смешивают оба раствора при постоянном перемешивании. Масса сначала густеет, затем разжижается. Полученную суспензию оставляют на 1—2 сут для отстаивания, затем надосадочную жидкость сливают и отфильтровывают.

Полученный реактив имеет концентрацию активного хлора около 6—10 % и может храниться в посуде с притертой крышкой из темного стекла до 1 года. В полученном реактиве определяют

концентрацию активного хлора. Для этого 1 см³ прозрачного фильтрата разбавляют в конической колбе вместимостью 100 см³ дистиллированной водой до 40—50 см³, прибавляют 2 г йодистого калия и 10 см³ соляной кислоты 1 моль/дм³. Образовавшийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм³ раствором серноватистокислого натрия, приготовленным из фиксанала, до исчезновения вишневой окраски (1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора серноватистокислого натрия соответствует 0,00355 г хлора).

Определение количества гипохлорита натрия в исходном растворе

Перед приготовлением реактива 2 необходимо определить содержание гипохлорита натрия в исходном растворе, учитывая неустойчивость его при хранении.

По количеству израсходованного на титрование тиосульфата натрия рассчитывают количество раствора гипохлорита натрия, необходимое для приготовления реактива 2.

Пример расчета

Количество раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³, пошедшего на титрование 1 см³ исходного раствора гипохлорита натрия, составляет, например, 12,09 см³.

Эквивалентная масса гипохлорита натрия равна половине молекулярной массы гипохлорита натрия и составляет 74,4:2 = 37,2 г. Следовательно, количество гипохлорита натрия в исходном растворе гипохлорита натрия составляет $1{,}209 \times 37{,}2 = 44{,}97$ г.

Учитывая, что реактив 2 должен содержать 0,42 г гипохлорита натрия, определяем:

в 1000 см³ исходного раствора — 44,97 г

X — 0,42 г

$$X = \frac{1000 \cdot 0{,}42}{44{,}97} = 9{,}4 \text{ см}^3.$$

Следовательно, для приготовления 1 дм³ реактива 2 требуется 9,4 см³ исходного раствора гипохлорита натрия.

Приготовление стандартного раствора сернокислого аммония для построения калибровочной кривой

0,236 г сернокислого аммония, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 60 °С, вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

Этот раствор является стандартным и содержит 0,1 мг азота в 1 см³.

Проведение цветной реакции

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ вносят в см³: 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 стандартного раствора. После доведения объемов колб дистиллированной водой до метки получают серию рабочих растворов концентрацией 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 мкг азота в 1 см³.

Для проведения цветной реакции в пробирки берут по 1 см³ рабочего раствора, добавляют 5 см³ реактива 1 и 5 см³ реактива 2, перемешивают и через 30 мин измеряют величину оптической плотности на спектрофотометре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощаемого свет слоя 1 см в сопоставлении с контролем.

Цветную реакцию проводят 3 раза. Для каждого раза готовят новый стандартный раствор.

Построение градуировочного графика

По полученным средним данным из трех стандартных растворов строят на миллиметровой бумаге размером 20 × 20 см градуировочный график.

На оси абсцисс откладывают величину концентрации азота (мкг/см³), на оси ординат — соответствующую ей оптическую плотность. Градуировочный график должен проходить через начало координат.

2.10.3. *Проведение испытания*

Часть пробы помещают в бюксу, закрывают крышкой и взвешивают с допустимой погрешностью 0,001 г. Затем из бюксы скальпелем отбирают 0,1—0,2 г кормовой муки на листок беззольного фильтра и вместе с ним осторожно опускают в колбу Кьельдаля. Бюксу закрывают, взвешивают и по разности определяют точную массу муки, взятой для анализа.

Такой же листок беззольного фильтра помещают в контрольную колбу Кьельдаля. Затем в обе колбы добавляют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 1—2 г сернокислого калия и проводят минерализацию, периодически добавляя для интенсивности процесса в охлажденную пробу перекись водорода (5—7 $см^3$ в течение всей минерализации). Допускается применение катализаторов, обеспечивающих точность определения.

После минерализации колбы охлаждают и содержимое количественно переносят в мерные колбы вместимостью 250 $см^3$, после охлаждения объем доводят до метки и содержимое перемешивают.

5 $см^3$ полученного минерализата переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой, получая вторично разбавленный минерализат. Для проведения цветной реакции 1 $см^3$ вторично разбавленного минерализата вносят в пробирку, затем последовательно добавляют 5 $см^3$ реактива 1 и 5 $см^3$ реактива 2, перемешивают содержимое пробирки. Через 30 мин определяют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 625 нм или на фотоэлектроколориметре с применением красного светофильтра. Измерение ведется в сопоставлении с контролем.

Контрольный раствор готовят одновременно, используя для этой цели контрольный минерализат.

Стабильность окраски растворов сохраняется в течение 1 ч.

Температура реактивов при проведении цветной реакции должна быть не ниже 20 °С.

По полученной величине оптической плотности с помощью калибровочного графика находят концентрацию растворов.

2.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю протеина (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{C \cdot 250 \cdot 100}{1 \cdot m \cdot 5 \cdot 10^6} \cdot 100 \cdot 6{,}25,$$

где C — концентрация азота, найденная по калибровочному графику в соответствии с полученной оптической плотностью, $мкг/см^3$;

m — масса навески пробы, г;

250 — объем минерализата после вторичного разведения, $см^3$;

5 — объем разбавленного минерализата для вторичного разведения, $см^3$;

100 — объем минерализата вторичного разведения, $см^3$;

1 — объем раствора, взятый для проведения цветной реакции, $см^3$;

10^6 — коэффициент пересчета граммов в микрограммы;

100 — коэффициент для пересчета;

6,25 — коэффициент пересчета азота на протеин.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать по содержанию азота 0,1 %.

Результат записывают до первого знака после запятой.

2.10.1—2.10.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.11. Определение клетчатки

Метод основан на определении сухого остатка из навески после обработки кислотами, спиртом и эфиром.

2.11.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

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

Шкаф сушильный марки СЭШ-3М или аналогичных марок.

Насос электровакуумный с разрежением 13 Па или насос Комовского.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Обечайка из жести цилиндрическая высотой 10—12 см.

Асбест листовой.

Холодильник воздушный обратный со шлифом (стеклянная трубка длиной 25—30 см внутренним диаметром 5—10 мм).

Колбы 1—500, 1—1000 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера № 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Цилиндры наливные 1—50, 1—100 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Пинцет.

Промывалка стеклянная лабораторная.

Стаканчики СН-34/12, СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—100—24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,4 г/см^3.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 80 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Эфир этиловый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры бумажные диаметром 7,5—9,5 см или бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

2.11.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление реактивной смеси

Два объема азотной кислоты смешивают с девятью объемами раствора уксусной кислоты.

2.11.3. *Проведение испытания*

Навеску муки массой 1 г взвешивают с погрешностью не более ±0,002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3.

Осторожно по стенкам колбы приливают 40 см^3 реактивной смеси. К колбе присоединяют воздушный холодильник со шлифом и ставят на электрическую плитку с обечайкой, покрытой металлической пластинкой с отверстиями.

Все операции, связанные с гидролизом, фильтрованием и промыванием, проводят в вытяжном шкафу.

Гидролиз выполняют при слабом равномерном кипении в течение 30 мин, считая от начала кипения. При сильном кипении под колбу подкладывают слой асбеста.

По окончании гидролиза холодильник отделяют от колбы, содержимое колбы в горячем состоянии фильтруют через бумажный фильтр, помещенный в воронку Бюхнера.

Бумажный фильтр с бюксой должен быть обязательно просушен в сушильном шкафу при температуре (160±2) °С в течение 10 мин и взвешен.

Колбу промывают три-четыре раза горячей водой и смывные воды переносят на фильтр. Осадок на фильтре промывают горячей водой до исчезновения запаха уксусной кислоты, а затем его промывают 10 см^3 спирта и 10 см^3 эфира и включают насос.

Фильтр с клетчаткой захватывают пинцетом, складывают вчетверо, переносят во взвешенную бюксу, подсушивают на воздухе и сушат в сушильном шкафу при температуре (160±2) °С в течение 15 мин. Высушенную бюксу с клетчаткой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.11.1—2.11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.11.4. *Обработка результатов*

Массовую долю клетчатки, включая золу (минеральные примеси), нерастворимую в соляной кислоте, (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса бюксы с клетчаткой и фильтром, г;

m_2 — масса бюксы с фильтром, г;

m — масса навески продукта, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать ±0,2 %.

Для определения массовой доли клетчатки из полученного результата вычитают массовую долю золы (минеральных примесей), нерастворимой в соляной кислоте, определенной по п. 2.7.

Результаты записывают до первого знака после запятой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.12. Определение массовой доли фосфора (в костяной муке для минеральной подкормки)

Метод основан на растворении навески в «царской водке» и последующем осаждении из раствора фосфорнокислого ангидрида лимоннокислым аммонием и щелочной магнезиальной смесью и прокаливании осадка в муфельной печи.

2.12.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

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

Печь муфельная электрическая.

Аппарат универсальный для встряхивания жидкостей в колбах и пробирках АВУ-1.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Сетка асбестовая.

Колба Кн-250—24/29 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Фильтр беззольный.

Колба мерная наливная 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Аммоний лимоннокислый трехзамещенный по НТД, раствор с массовой долей 50 %.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, спиртовой раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 25, 10 и 2,5 %.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209.

Аммоний хлористый 6-водный по ГОСТ 3759.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.12.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление «царской водки»

Для приготовления «царской водки» смешивают 1 часть азотной и 3 части соляной концентрированных кислот.

Приготовление щелочной магнезиальной смеси

Для приготовления щелочной магнезиальной смеси 55 г хлористого магния и 70 г хлористого аммония растворяют в воде, прибавляют 150 см^3 раствора аммиака с массовой долей 10 % (плотностью 0,96 г/см^3), доводят раствор до 1 дм^3, фильтруют.

2.12.3. *Проведение испытания*

5 г муки взвешивают с допустимой погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и приливают 50 см^3 «царской водки». Колбу накрывают часовым стеклом и медленно нагревают на электроплитке с асбестовой сеткой до кипения.

После 30 мин кипения колбу снимают с плитки, содержимое разбавляют приблизительно в 2 раза дистиллированной водой и фильтруют через беззольный фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до 200 см^3 фильтрата, затем фильтрат охлаждают, доводят до метки и перемешивают.

25 см^3 фильтрата помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, приливают 10 см^3 раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют аммиаком (по фенолфталеину). Затем, медленно помешивая содержимое стакана и добавляя 30 см^3 щелочной магнезиальной смеси, осаждают фосфорный ангидрид, приливают 25 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % и оставляют на 15—18 ч или

подвергают непрерывному встряхиванию на специальных приборах в течение 30 мин, после чего фильтруют через плотный беззольный фильтр и промывают раствором аммиака с массовой долей 25 %, при этом промывных вод должно быть не более 100 см³.

Осадок (фосфорнокислый магний) вместе с фильтром прокаливают в муфельной печи до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

2.12.4. *Обработка результатов*

Массовую долю фосфора (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{m_1 \cdot 10 \cdot 0{,}2783 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфорнокислого магния, г;

m — масса навески муки, г;

0,2783 — количество фосфора, эквивалентное 1 г фосфорнокислого магния.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 1 %.

Результаты записывают до второго знака после запятой.

2.12.1—2.12.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.13. Определение кальция в муке костяной технической (обесклеенной)

Сущность метода основана на растворении навески кормовой муки в «царской водке», осаждении из раствора оксалата кальция, растворении осадка и оттитровывании раствором марганцовокислого калия.

2.13.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

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

Сетка асбестовая.

Колба Кн-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Фильтр беззольный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 10 %.

Индикатор метиловый оранжевый, водный раствор концентрации 0,1 моль/дм³ по ТУ 6—09—5171.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,1 моль/дм³ раствор.

2.13.2. *Проведение испытания*

Навеску муки 0,2 г растворяют при кипячении 2—3 мин в 10—15 см³ «царской водки» и разбавляют дистиллированной водой до 120—150 см³. Полученный раствор фильтруют и тщательно промывают фильтр дистиллированной водой.

В фильтрат прибавляют 3—4 капли индикатора метилового оранжевого, нагревают до кипения и прибавляют 10 см³ насыщенного раствора щавелевокислого аммония, охлаждают и нейтрализуют аммиаком до появления запаха аммиака.

Избыток аммиака нейтрализуют кристалликом щавелевой кислоты (раствор должен быть желтый). Колбу с выпавшим осадком нагревают до кипения, накрывают часовым стеклом и выдерживают при комнатной температуре 10—12 ч. Убедившись в полноте осаждения оксалата кальция (появление мути при реакции капли надосадочной жидкости со слабым раствором хлористого кальция), осадок фильтруют, промывают хлорной водой до исчезновения реакции на ионы хлора (отсутствие помутнения при добавлении к нескольким каплям фильтрата раствора азотнокислого серебра). Фильтр с осадком осторожно пинцетом развертывают на воронке и осадок тщательно смывают из промывалки горячей водой в коническую колбу. Осадок в колбе растворяют 35—40 см³ горячего раствора серной кислоты до полного растворения. Затем прибавляют еще 15—20 см³

раствора серной кислоты, нагревают до температуры 80 °С, не доводя до кипения, и титруют 0,1 моль/дм³ раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски.

Результаты записывают до второго знака после запятой.

2.13.1, 2.13.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.13.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кальция (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{n \cdot 0{,}002 \cdot 100}{m},$$

где n — количество 0,1 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, пошедшее на титрование пробы, см³;

m — масса навески муки, г;

0,002 — коэффициент пересчета, учитывающий концентрацию марганцовокислого калия и грамм-эквивалентную массу кальция.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать ±0,3 %.

2.14. Определение крошимости гранул

Определение крошимости гранул проводят по НТД.

Размеры гранул определяют с помощью штангенциркуля или линейки, измеряя диаметр и длину 10 гранул, взятых подряд. По полученным данным вычисляют среднее арифметическое значение диаметра и длины гранул.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством мясной и молочной промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.09.82 № 3482**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17681—72**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.11.1	ГОСТ 9147—80	2.1.1; 2.2.1; 2.5.1; 2.7.1; 2.11.1
ГОСТ 83—79	2.10.1	ГОСТ 10929—76	2.10.1
ГОСТ 111—90	2.2.1	ГОСТ 12026—76	2.5.1; 2.11.1
ГОСТ 244—76	2.10.1	ГОСТ 14919—83	2.7.1; 2.11.1; 2.12.1
ГОСТ 892—89	2.2.1	ГОСТ 17299—78	2.11.1
ГОСТ 1277—75	2.7.1; 2.13.1	ГОСТ 17809—72	2.2.1
ГОСТ 1692—85	2.10.1	ГОСТ 18300—87	2.11.1
ГОСТ 1770—74	2.10.1; 2.11.1; 2.12.1	ГОСТ 18510—87	2.2.1
ГОСТ 3118—77	2.7.1; 2.10.1; 2.12.1; 2.13.1	ГОСТ 20490—75	2.13.1
ГОСТ 3479—85	2.2.1	ГОСТ 22180—76	2.13.1
ГОСТ 3759—75	2.12.1	ГОСТ 24104—88	2.1.1; 2.2.1; 2.3.1; 2.5.1; 2.6.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1
ГОСТ 3760—79	2.12.1; 2.13.1		
ГОСТ 3769—78	2.10.1		
ГОСТ 3773—72	2.12.1	ГОСТ 25336—82	2.2.1; 2.3.1; 2.5.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1
ГОСТ 4204—77	2.3.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.13.1		
ГОСТ 4209—77	2.12.1	ГОСТ 27068—86	2.10.1
ГОСТ 4232—74	2.10.1	ОСТ 38.02386—85	2.11.1
ГОСТ 4328—77	2.10.1	ТУ 6—09—4711—81	2.3.1
ГОСТ 4461—77	2.11.1; 2.12.1; 2.13.1	ТУ 6—09—5171—84	2.13.1
ГОСТ 5712—78	2.13.1	ТУ 6—09—5303—86	2.10.1
ГОСТ 6709—72	2.5.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1	ТУ 6—09—5360—87	2.12.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 6—90)**

gost.e-ecolog.ru