ГОСТ Р 51421—99
(ИСО 6495—99)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли водорастворимых хлоридов

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № М98 42002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 576-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6495—99 «Корма для животных. Определение содержания водорастворимых хлоридов», за исключением 2, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5 и 6

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли водорастворимых хлоридов

Feeds, mixed feeds, raw material.
Determination of water-soluble chlorides content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов и комбикормового сырья и устанавливает метод определения массовой доли водорастворимых хлоридов. Результаты пересчитывают на хлористый натрий.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0—80* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

ИСО 3696—88** Вода для аналитических лабораторных исследований. Спецификация и методы испытания

3 Сущность метода

Хлориды экстрагируют из испытуемой пробы водой. Если испытуемая проба содержит органическое вещество, проводят осветление экстракта. Экстракт подкисляют азотной кислотой и хлориды осаждают титрованным раствором азотнокислого серебра, избыток которого определяют титрованием раствором роданистого аммония или калия.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

4.1 Вода, не менее 3-ей степени чистоты по ИСО 3696.

4.2 Ацетон.

4.3 *н*-гексан.

4.4 Азотная кислота плотности 1,38 г/см^3.

4.5 Активированный уголь, свободный от хлоридов и не поглощающий их.

4.6 Железо (III) аммонийные квасцы, насыщенный раствор. Готовят из $NH_4Fe(SO_4)_2\ 12H_2O$.

4.7 Раствор Карреца I

10,6 г 3-водного железистосинеродистого калия [$K_4Fe(CN)_6\ 3H_2O$] растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до 100 см^3 водой.

4.8 Раствор Карреца II

21,9 г 2-водного уксуснокислого цинка [$Zn(CH_3COO)_2\ 2H_2O$] растворяют в дистиллированной воде и добавляют 3 см^3 ледяной уксусной кислоты. Объем раствора доводят до 100 см^3 водой.

* Действует до введения ГОСТ Р, разработанного на основе ИСО 6497 [1].

** Оригинал ИСО находится по ВНИИКИ Госстандарта России.

Издание официальное

4.9 Роданистый аммоний или калий

Готовят из стандарт-титра c (NH_4SCN) или c (KSCN) = 0,1 моль/дм^3.

4.10 Азотнокислое серебро

Готовят из стандарт-титра, c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3.

5 Средства контроля

Используют обычную лабораторную аппаратуру.

5.1 Роторный встряхиватель частотой вращения от 35 до 40 об/мин.

5.2 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 200 и 500 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ± 0,2 %.

5.3 Пипетки вместимостью 5,25 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ± 1 %.

5.4 Бюретки вместимостью 25 см^3 допускаемой относительной погрешностью ± 1 %.

5.5 Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

Важно, чтобы в лабораторию поступила проба действительно представительная и без повреждений или изменений при транспортировке или хранении.

7 Подготовка испытуемых проб

Подготовка проб к анализу — по ГОСТ Р 51419.

8 Проведение испытания

8.1 Выбор способа приготовления испытуемого раствора

Если испытуемая проба не содержит органическое вещество, поступают по 8.2. Если испытуемая проба содержит органическое вещество, поступают в соответствии с 8.3, за исключением проб кормовых средств, подвергшихся тепловой обработке, льняных жмыха и муки, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидными веществами (например, декстринизированный крахмал). В этом случае поступают в соответствии с 8.4.

8.2 Приготовление испытуемого раствора при анализе проб, не содержащих органическое вещество

Взвешивают на весах 2-го класса точности навеску пробы массой не более 10 г с предполагаемым содержанием хлоридов не более 3 г. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3. В колбу приливают 400 см^3 воды температурой около 20 °С.

Колбу встряхивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, объем раствора в колбе доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1), перемешивают и фильтруют.

Далее поступают в соответствии с 8.5.

8.3 Приготовление испытуемого раствора при анализе проб, содержащих органическое вещество, за исключением продуктов, перечисленных в 8.4

Навеску испытуемой пробы массой около 5 г, взвешенную на весах 2-го класса точности, и 1 г активированного угля помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3. В колбу приливают 400 см^3 воды температурой около 20 °С и 5 см^3 раствора Карреца I, перемешивают, затем добавляют 5 см^3 раствора Карреца II. Перемешивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1), перемешивают и фильтруют.

Далее поступают в соответствии с 8.5.

8.4 Подвергшиеся тепловой обработке кормовые средства, льняные жмыхи и мука, продукты, содержащие льняную муку, и другие продукты, богатые растительной слизью или коллоидными веществами (например, декстринизированный крахмал)

Навеску испытуемой пробы массой около 5 г, взвешенную на весах 2-го класса точности, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Добавляют 1 г активированного угля, приливают 400 см^3 воды температурой около 20 °С и 5 см^3 раствора Карреца I, перемешивают, затем добавляют 5 см^3 раствора Карреца II. Перемешивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1) и перемешивают. Декантируют (если необходимо,

центрифугируют). При помощи пипетки 100 см^3 жидкости переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Приливают в колбу ацетон и им же объем раствора доводят до метки, перемешивают и фильтруют.

8.5 Титрование

В зависимости от предполагаемого содержания хлоридов от 25 до 100 см^3 (объем V_a) испытуемого раствора пипеткой переносят в коническую колбу. Отобранная аликвота должна содержать не более 150 мг хлоридов. Объем раствора в колбе, если это требуется, доводят до 50 см^3 водой, приливают 5 см^3 азотной кислоты, 2 см^3 насыщенного раствора железо (III) — аммонийных квасцов и две капли раствора роданистого аммония или калия из бюретки, заполненной до нулевой отметки (оставшийся в бюретке раствор в дальнейшем используют для титрования избытка азотнокислого серебра).

Из бюретки в колбу приливают раствор азотнокислого серебра до исчезновения красновато-коричневого цвета, затем добавляют еще 5 см^3 избытка (конечный объем V_{s1}). Колбу энергично встряхивают, чтобы коагулировать осадок. Если необходимо, для лучшей коагуляции можно добавить 5 см^3 *n*-гексана. Избыток азотнокислого серебра титруют раствором роданистого аммония или калия до появления красновато-коричневого цвета раствора, не исчезающего в течение 30 с (конечный объем V_{t1}).

8.6 Холостой опыт

Одновременно с анализом испытуемой пробы проводят холостой опыт, используя те же процедуры и те же реактивы, но опустив взятие навески испытуемой пробы.

Анализируют две навески испытуемой пробы.

9 Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых хлоридов в испытуемой пробе X, %, выраженную в виде хлористого натрия, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M\left[(V_{s1} - V_{s0})\,c_s - (V_{t1} - V_{t0})\,c_t\right]}{m} \times \frac{V_i}{V_a} \times f \times 100, \qquad (1)$$

где M — молярная масса хлористого натрия, г/моль (M = 58,44 г/моль);

V_{s1} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленного при титровании испытуемого раствора, см^3;

V_{s0} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленного при титровании раствора в холостом опыте, см^3;

c_s — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

V_{t1} — использованный объем раствора роданистого аммония или калия для титрования испытуемого раствора, см^3;

V_{t0} — использованный объем раствора роданистого аммония или калия для титрования в холостом опыте, см^3;

c_t — молярная концентрация раствора роданистого аммония или калия, моль/дм^3;

m — масса навески, мг;

V_i — объем испытуемого раствора, приготовленного по 8.2, 8.3 и 8.4, см^3 (V_i = 500 см^3);

f — фактор разбавления (f = 2 — для подвергшихся тепловой обработке кормовых средств, льняных жмыха и муки, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидными веществами; f = 1 — для других кормов).

Результаты выражают с точностью до:

0,05 % хлористого натрия при его массовой доле менее 1,5 %;

0,1 % хлористого натрия при массовой доле более или равной 1,5 %.

10 Точность

10.1 Межлабораторный опыт

Результаты межлабораторного опыта по определению точности метода обобщены в приложении А. Данные, полученные в этом межлабораторном опыте, неприменимы для других диапазонов концентрации и другой матрицы, чем приведенные в приложении А.

10.2 Сходимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании

одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в той же лаборатории тем же оператором при использовании того же оборудования за короткий промежуток времени, в более чем 5 % случаев не должна превышать норматив сходимости r, %, вычисляемый по формуле

$$r = 0{,}134(w_{wc})^{0{,}521}, \quad (2)$$

где w_{wc} — среднеарифметическое значение двух единичных результатов испытания.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, в более чем 5 % случаев не должна превышать норматив воспроизводимости R, %, вычисляемый по формуле

$$R = 0{,}552 + 0{,}135\ w_{wc}, \quad (3)$$

где w_{wc} — среднеарифметическое значение двух единичных результатов испытания.

11 Протокол испытания

- Протокол испытания должен содержать:
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- метод отбора пробы, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все процедуры, не устанавливаемые настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, и любые факторы, которые могли влиять на результаты испытания;
- полученный результат испытания или,
- если контролировалась сходимость, конечный полученный результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Результаты межлабораторного опыта

Межлабораторный опыт организован ИСО/ТК34/ПК10 «Корма для животных» в 1987 г. В этом опыте участвовало 24 лаборатории; исследовались образцы корма из клейковины зерна, комбикорма, рыбной муки, комбикормового концентрата (два вида), премикса и дрожжей.

Таблица А.1 - Статистические результаты межлабораторного опыта

Параметр	Рыбная мука	Корм из клейковины зерна	Дрожжи	Премикс	Комбикормовый концентрат	Комбикормовый концентрат	Комбикорм
Количество лабораторий, оставшихся после исключения анормальных результатов	23	23	23	23	23	23	23
Среднее значение содержания хлоридов в сухом веществе,%	3,22	0,105	1,56	14,1	3,56	2,54	1,07
Среднеквадратическое отклонение сходимости S_r,%	0,11	0,018	0,05	0,20	0,10	0,08	0,03
Относительное среднеквадратическое отклонение сходимости,%	3,5	17,2	3,5	1,4	2,9	3,0	2,9
Значение норматива сходимости r ($r = 2,8\ S_r$),%	0,308	0,050	0,140	0,560	0,280	0,224	0,084
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости S_R,%	0,22	0,22	0,37	0,88	0,50	0,30	0,16
Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости,%	7	210	24	6	14	12	15
Значение норматива воспроизводимости R ($R = 2,8\ S_R$),%	0,616	0,616	1,036	2,464	1,400	0,840	0,448

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: корма, водорастворимые хлориды, хлористый натрий, массовая доля, азотнокислое серебро, титрование

gost.e-ecolog.ru