ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52699— 2006

КОМБИКОРМА

Метод определения альдегидов

Издание официальное

БЗ 12—2006/335

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГУ «ВГНКИ»), Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»), Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский и технологический институт птицеводства» (ГНУ «ВНИТИП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. № 476-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2007

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМБИКОРМА

Метод определения альдегидов

Mixed feeds. Method for determination of aldehydes

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и устанавливает метод определения альдегидов с применением спектрофотометра или фотоэлектроколориметра в диапазоне измерений от 0,5 до 50,0 мг коричного альдегида на 100 г липидов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 51568—99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристика погрешности измерений

Границы относительной погрешности измерений содержания альдегидов в комбикормах (δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют $\pm$ 14 %.

4 Требования техники безопасности

4.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.2 Помещение, в котором проводят выполнение измерений, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу с реактивами необходимо проводить в вытяжном шкафу.

4.3 При работе с концентрированными кислотами и щелочами необходимо использовать резиновые перчатки.

5 Отбор и подготовка проб к выполнению измерений

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

5.2 Подготовка пробы к анализу — по ГОСТ Р 51419.

6 Определение альдегидов

Сущность метода заключается в экстракции липидов из пробы комбикорма петролейным эфиром, растворении их в смеси этилового спирта и хлороформа и сравнении оптической плотности полученного раствора до и после обработки его бензидином.

6.1 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm$ 0,0001 г.

Спектрофотометр типов СФ-26, СФ-46 со спектральным диапазоном работы от 186 до 1100 нм, с основной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %, градуировкой длин волн в ультрафиолетовой (УФ) области не более 0,1 нм.

Фотоэлектроколориметр КФК-2 с пределом измерений оптической плотности от 0 до 2, основной погрешностью измерений не более 1 % и светофильтром длиной волны $\lambda = (360 \pm 25)$ нм.

Секундомер.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 0 °С до 110 °С с абсолютной погрешностью $\pm$ 2 °С.

Мельница лабораторная, обеспечивающая размол комбикорма до крупности менее 1,0 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Баня водяная с регулятором нагрева.

Цилиндры мерные 1(3)-10(100) по ГОСТ 1770.

Колбы конические с притертыми пробками Кн-1(2)-25(100)-18(22) ХС, Кн-1(2)-250-34 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные с притертыми пробками 2(2а)-25(100, 200)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-2-1(10, 25) по ГОСТ 29169 или 2(5)-2-2-1(10, 25) по ГОСТ 29227.

Воронки делительные конические ВД-3-250 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные В-56(75, 100)-140(150) ХС по ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры «красная лента».

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Сито лабораторное с отверстиями диаметром 1,0 мм по ГОСТ Р 51568.

Штатив химический.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652 с массовой долей 96 %.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Бензидин (4,4-диаминобифенил).

Эфир петролейный марки 40/70.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат 5-водный) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, насыщенный раствор.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %.

Примечания

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

2 Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не хуже вышеуказанных в 6.1.

6.2 Подготовка к проведению измерений

6.2.1 Условия выполнения измерений

6.2.1.1 Измерения оптической плотности растворов проводят при рассеянном дневном свете или при искусственном освещении.

6.2.1.2 Измерения оптической плотности растворов следует проводить в рабочем диапазоне прибора. В случае превышения оптической плотности необходимо разбавить анализируемый раствор липидов растворителем — смесью этилового спирта и хлороформа (1:1) и внести поправку в расчетную формулу.

6.2.1.3 Притертые стеклянные поверхности не следует смазывать.

6.2.2 Приготовление вспомогательных растворов

6.2.2.1 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия 5-водного) молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н) проводят по ГОСТ 25794.2.

6.2.2.2 Приготовление насыщенного раствора йодистого калия

5,0—5,5 г йодистого калия растворяют в 10 см³ дистиллированной воды. Полученный насыщенный раствор йодистого калия хранят в темном сосуде и перед использованием его обязательно проверяют. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 10 см³ ледяной уксусной кислоты и добавляют 1 см³ насыщенного раствора йодистого калия. Содержимое энергично взбалтывают и сразу прибавляют 100 см³ дистиллированной воды и 1 см³ раствора крахмала с массовой долей 1 %. Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 0,07 см³ раствора серноватистокислого натрия (см. 6.2.2.1), то насыщенный раствор йодистого калия не используют и готовят свежий раствор.

6.2.2.3 Очистка петролейного эфира от перекисей

В склянку с петролейным эфиром вносят 10—20 г гидроокиси калия, встряхивают и ставят в темное место на одни сутки. В петролейном эфире не должно содержаться перекисей. Поэтому перед использованием его проверяют на наличие перекисей. Проверку проводят следующим образом.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ вносят 25 см³ эфира, добавляют 1 см³ насыщенного свежеприготовленного раствора йодистого калия (см. 6.2.2.2), 10 см³ ледяной уксусной кислоты, встряхивают и ставят на 10 мин в темное место. Появление желтой окраски указывает на наличие перекисей.

Эфир рекомендуется хранить над гидроокисью калия в темных склянках.

6.2.2.4 Приготовление раствора бензидина с массовой долей 0,5 %

0,5 г бензидина растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в смеси ледяной уксусной кислоты и этилового спирта (1:1). Для анализа используют свежеприготовленный раствор.

6.2.3 Определение массы жира, содержащегося в анализируемой пробе, проводят по ГОСТ 13496.15.

6.2.4 Расчет навески комбикорма для выделения липидов

Для определения альдегидов требуется 0,05—0,15 г липидов. Если липидов менее 0,05 г, то увеличивается погрешность определения, если более 0,15 г — происходит превышение оптической плотности (см. 6.2.1.2).

Навеску комбикорма M, г, необходимую для получения количества липидов в пределах 0,05—0,15 г, рассчитывают по формуле

$$M = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_3}, \quad (1)$$

где m_1 — масса липидов, необходимая для проведения анализа, от 0,05 до 0,15 г;

m_2 — масса пробы комбикорма, поступившего на анализ, г;

m_3 — масса жира, содержащегося в поступившей на анализ пробе (см. 6.2.3), г.

6.3 Проведение измерений

6.3.1 Экстракция липидов

В делительную воронку вместимостью 250 см³ последовательно вкладывают фильтр, состоящий из плотного тампона гигроскопической ваты, двух кружков фильтровальной бумаги, диаметр которых несколько превышает диаметр делительной воронки, и еще одного ватного тампона. Общая высота фильтра должна быть около 50 мм.

Навеску комбикорма, рассчитанную по 6.2.4, измельчают на лабораторной мельнице до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм, взвешивают, записывают результаты в граммах до второго десятичного знака и высыпают в делительную воронку, укрепленную на штативе. Под воронкой устанавливают выпарительную чашку, предварительно высушенную до постоянной массы.

В делительную воронку постепенно, по мере фильтрации, небольшими порциями приливают петролейный эфир (см. 6.2.2.3). Завершение экстракции жира контролируют фильтровальной бумагой путем смачивания ее вытекающей каплей. При отсутствии на бумаге жирового пятна экстракция считается законченной. После этого выпарительную чашку ставят на водяную баню и выпаривают эфир при температуре (40 ± 5) °С, пока выпарительная чашка не будет иметь постоянную массу. Чашку с липидами взвешивают с записью результатов в граммах до второго десятичного знака.

6.3.2 Определение альдегидов

Полученные по 6.3.1 липиды количественно переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 25 см³ смесью этилового спирта и хлороформа (1:1) и доводят объем раствора этой смесью до метки. Раствор тщательно перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 360 нм или на спектрофотометре при длине волны 350 нм в кювете с толщиной оптического слоя 1 см. В случае превышения оптической плотности необходимо разбавить раствор по 6.2.1.2. Раствором сравнения служит смесь этилового спирта и хлороформа (1:1).

Затем в одну из двух конических колб с притертыми пробками вместимостью 25 см³ помещают 10 см³ раствора липидов, в другую — 10 см³ растворителя — смеси этилового спирта и хлороформа (1:1). В каждую колбу вносят по 1 см³ свежеприготовленного раствора бензидина (см. 6.2.2.4). Содержимое обеих колб тщательно перемешивают, выдерживают 15 мин и измеряют оптическую плотность раствора липидов в сравнении с оптической плотностью растворителя.

6.4 Обработка результатов измерений

6.4.1 Массу выделенных липидов $m_л$, г, вычисляют по формуле

$$m_л = m - m_0, \quad (2)$$

где m — масса выпарительной чашки с липидами, г;

m_0 — масса пустой выпарительной чашки, г.

Вычисление массы выделенных липидов $m_л$ проводят до второго десятичного знака.

6.4.2 Содержание альдегидов X в мг коричного альдегида на 100 г липидов вычисляют по формуле

$$X = \frac{(1{,}1D_2 - D_1) \cdot 0{,}0094 \cdot 100V}{m_л}, \quad (3)$$

где 1,1 — поправка на изменение объема при добавлении к раствору липидов бензидина (см. 6.3.2);

D_1 — оптическая плотность раствора липидов до обработки бензидином;

D_2 — оптическая плотность раствора липидов после обработки бензидином;

0,0094 — количество коричного альдегида, соответствующее единице оптической плотности при длине волны 360 нм, мг/см^3;

100 — коэффициент пересчета на 100 г липидов;

V — объем раствора липидов, равный 25 см^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

6.4.3 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (4)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных определений, мг коричного альдегида на 100 г липидов;

r — значение предела повторяемости, мг коричного альдегида на 100 г липидов (см. раздел 7).

7 Контроль точности результатов измерений

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений (предел повторяемости r), полученными в условиях повторяемости, и абсолютное расхождение между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости (предел воспроизводимости R) при доверительной вероятности P = 0,95, не должны превышать следующих значений:

$$r = 0{,}1\overline{x}, \quad (5)$$

где $\overline{x}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях повторяемости, мг коричного альдегида на 100 г липидов,

$$R = 0{,}12\,\overline{X}, \quad (6)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях воспроизводимости, мг коричного альдегида на 100 г липидов.

Если расхождение между результатами параллельных определений вновь превышает предел повторяемости r, то анализ повторяют, начиная со взятия навески испытуемой пробы.

Если расхождение между результатами параллельных определений вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов анализа.

8 Оформление результатов измерений

Результат измерений при доверительной вероятности P = 0,95 представляют в виде:

$$\overline{x} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{x},$$

где $\overline{x}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений альдегидов, признанных приемлемыми (см. 6.4.3), мг коричного альдегида на 100 г липидов;

δ — границы относительной погрешности определения альдегидов, % (см. раздел 3).

УДК 633.1001.4:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: комбикорма, метод, оптическая плотность, спектофотометр, фотоэлектроколориметр, липиды, альдегиды, бензидин

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 28.05.2007. Подписано в печать 13.06.2007. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усп. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 244 экз. Зак. 483. С 4100.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru