УДК 636.085 : 543.852 : 006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13496.12—75

КОМБИКОРМА

Метод определения общей кислотности

Mixed feeds.
Method determination of total oxidity

Взамен
ГОСТ 8770—58
разд. II,
подраздел Н

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13 июня 1975 г. № 1556 срок введения установлен с 01.01.76
Постановлением Госстандарта от 06.11.80 № 5284 срок действия продлен до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и устанавливает метод определения общей кислотности.

Сущность метода заключается в титровании водной вытяжки комбикорма раствором щелочи.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0—80.

2. ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

весы по ГОСТ 23676—79;

колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

колбы конические вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336—82;

пипетку вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292—74;

цилиндры вместимостью 500 мл по ГОСТ 1770—74;

натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор или калия гидрат окиси 0,1 н. раствор или фиксанал;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;

натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76, х. ч.;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена
Переиздание. Сентябрь 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный водный раствор;

тимолфталеин, 1%-ный спиртовой раствор;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72;

спирт этиловый по ГОСТ 5962—67;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х. ч. плотностью 1,84 г/см^3 или фиксанал 0,1 н. раствор серной кислоты.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление 0,1 н. раствора серной кислоты

0,1 н. раствор серной кислоты готовят из фиксанала серной кислоты в соответствии с приложенной к комплекту инструкцией или отмеряют 2,8 см^3 концентрированной химически чистой серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, которую разводят в 1 дм^3 дистиллированной воды.

Поправку к титру 0,1 н. раствора серной кислоты, приготовленного из серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, устанавливают по раствору буры. Для этого навеску перекристаллизованной буры массой около 0,4 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 25 см^3 воды, прибавляют 2 капли 0,1%-ного раствора метилового оранжевого и титруют из бюретки серной кислотой до розовой окраски при постоянном помешивании стеклянной палочкой. Количество 0,1 н. раствора серной кислоты, израсходованное на титрование буры, вычисляют как среднее арифметическое результатов трех определений.

Поправку к титру 0,1 н. серной кислоты (K_c) вычисляют по формуле

$$K_c = \frac{m \cdot 49{,}04}{190{,}85 \cdot 0{,}0049(V - V_1)},$$

где m — масса навески буры, г;

49,04 — эквивалентная масса серной кислоты, г;

190,85 — эквивалентная масса буры, г;

0,0049 — содержание серной кислоты в 1 см^3 точно 0,1 н. раствора серной кислоты, г;

V — количество 0,1 н. раствора серной кислоты, израсходованное на титрование навески буры, мл;

V_1 — количество 0,1 н. раствора серной кислоты, израсходованное на титрование 25 см^3 воды в контрольном опыте без добавления буры, см^3.

В случае приготовления 0,1 н. раствора серной кислоты из фиксанала поправку к титру K_c принимают равной 1,004.

3.2. Приготовление 0,1 н. раствора щелочи

Взвешивают около 7 г химически чистого едкого кали или около 5 г едкого натра и растворяют в 1 дм³ воды. К полученному раствору прибавляют небольшое количество хлористого бария, раствору дают отстояться и затем декантируют прозрачный раствор при помощи сифона.

Поправку к титру 0,1 н. раствора щелочи устанавливают по 0,1 н. раствору серной кислоты. Для этого в колбу наливают 20 дм³ 0,1 н. раствора серной кислоты, прибавляют 2 капли 0,1%-ного раствора метилового оранжевого и титруют приготовленным раствором щелочи до желтой окраски. Для получения более точных результатов проводят не менее трех титрований и берут среднее из них.

Поправку к титру 0,1 н. раствора щелочи ($K_{щ}$) вычисляют по формуле

$$K_{щ} = \frac{V \cdot K_{с}}{V_1},$$

где V — количество 0,1 н. раствора серной кислоты, см³;

$K_{с}$ — поправка к титру 0,1 н. раствора серной кислоты;

V_1 — количество 0,1 н. раствора щелочи, израсходованное на титрование 20 дм³ 0,1 н. раствора серной кислоты.

3.3. Приготовление 1%-ного раствора фенолфталеина

1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл этилового спирта.

3.4. Приготовление 1%-ного раствора тимолфталеина

0,5 г тимолфталеина растворяют в 50 мл этилового спирта.

3.5. Приготовление 0,1%-ного раствора метилового оранжевого

0,1 г метилового оранжевого растворяют в 80 мл горячей воды и после охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. 25 г комбикорма помещают в сухую колбу вместимостью 500 см³, приливают 250 см³ дистиллированной воды и, закрыв колбу пробкой, взбалтывают непрерывно в течение 10 мин. Раствору дают отстояться в течение 35 мин, после чего его отфильтровывают через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают, а затем 25 см³ фильтрата переносят пипеткой в коническую колбу и титруют 0,1 н. раствором едкого натра или едкого кали в присутствии фенолфталеина до слабо-розового окрашивания.

При исследовании темноокрашенных растворов при титровании в качестве индикатора используют тимолфталеин или лакмусовую бумажку.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общую кислотность комбикорма (X) в градусах Неймана вычисляют по формуле

$$X=4V\cdot K_{щ},$$

где V — количество 0,1 н. раствора щелочи, израсходованное при титровании, см^3;

$K_{щ}$ — поправка к титру 0,1 н. раствора щелочи.

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

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать $\pm 0{,}1$°Н, а между контрольными анализами ± 15°Н.

С. СЕЛЬСКОЕ И ЛЕСНОЕ ХОЗЯЙСТВО

Группа С19

Изменение № 1 ГОСТ 13496.12—75 Комбикорма. Метод определения общей кислотности

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.05.86 № 1253 срок введения установлен

с 01.10.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 9209.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13496.0—70 на ГОСТ 13496.0—80.

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

весы лабораторные не ниже 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

колбы мерные исполнений 1, 2 вместимостью 50 и 100 $см^3$, 1, 2-го классов точности по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

бюретки исполнений 1, 2 или 3, вместимостью 10 и 25 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

(Продолжение см. с. 204)

пипетку исполнений 2, 6 или 7, вместимостью 25 $см^3$, 1, 2-го классов точности по ГОСТ 20292—74;

цилиндры исполнений 1, 2, вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации c (KOH) = 0,1 моль/$дм^3$ или фиксанал или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ или фиксанал;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83 или фиксанал;

натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, х. ч. или ч. д. а.;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77;

метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77;

тимолфталеин, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78 или спирт этиловый синтетический технический по ГОСТ 11547—80, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

воду дистиллированную.

(Продолжение см. с. 205)

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

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = =0,1 моль/дм^3 (0,1 н.)

Навеску гидроокиси калия массой 5,611 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси калия устанавливают по раствору серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3. Для этого в колбу приливают 20 см^3 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 среднее арифметическое 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, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора серной кислоты;

V — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 20 см^3 раствора серной кислоты, см^3.

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

(Продолжение см. с. 206)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13496.12—75)

Навеску гидроокиси натрия массой 4 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия устанавливают по раствору серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³.

В колбу приливают 20 см³ 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 среднее арифметическое результатов трех определений.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия вычисляют, как указано в п. 3.1».

Пункт 4.1. Заменить единицу, значение и слова: мл на см³, 0,1 н. на 0,1 моль/дм³, «едкого натра» на «гидроокись натрия», «едкого кали» на «гидроокись калия».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Обработка результатов

5.1. Общую кислотность комбикорма (X) в градусах Неймана вычисляют по формуле

$$X = 4V \cdot K,$$

где V — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми должны быть не более 0,4 °Н».

(ИУС № 8 1986 г.)

gost.e-ecolog.ru