ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

ГОСТ 13496.1—89

Издание официальное

5 коп. БЗ 6—89/498

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 536.085 : 543.06 : 006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения натрия и хлористого натрия

Mixed fodder and raw mixed fodder. Methods for sodium and sodium chloride determination

ГОСТ 13496.1—89

ОКСТУ 9809

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белково-витаминные добавки, комбикормовое сырье и устанавливает методы определения в них натрия и хлористого натрия (поваренной соли).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681.

2. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

2.1. Сущность метода заключается в осаждении белковых веществ испытуемого продукта раствором азотной кислоты и титровании хлоридов по Фольгарду.

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с температурой нагрева 120°С.

Ножницы.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1989

Колбы мерные вместимостью 200 и 1000 см³ исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 250 и 2000 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 50 см³ исполнений 2, 3 по ГОСТ 20292.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см³ исполнений 1, 2, 3, 6 по ГОСТ 20292.

Цилиндр вместимостью 50 см³ исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Ступка фарфоровая.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 или калий хлористый по ГОСТ 4234, растворы концентрацией $c(NaOH)$ или $c(KOH) = 0{,}05$ моль/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрацией $c(AgNO_3) = 0{,}05$ моль/ дм³.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205.

Аммоний роданистый или калий роданистый по ГОСТ 4139, растворы концентрацией $c(NH_4SCN)$ или $c(KSCN) = 0{,}05$ моль/дм³.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10%.

Железо сернокислое (II), 7-водное по ГОСТ 4118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1,84 г/см³.

Кислота азотная плотностью 1,4 г/см³ по ГОСТ 4461 и раствор с массовой концентрацией 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Подготовка проб*

Из средней пробы комбикормов и комбикормового сырья методом квартования выделяют около 100 г материала, измельчают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Трудноизмельчимый остаток на сите после дополнительного измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте.

2.3.2. *Приготовление раствора азотной кислоты с массовой концентрацией 10%*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 110 см³ концентрированной азотной кислоты и, периодически помешивая, доводят раствор дистиллированной водой до метки.

2.3.3. *Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов*

500 г измельченных квасцов растворяют в 1000 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор охлаждают, помещая колбу в холодную воду.

Образовавшиеся кристаллы отделяют декантированием или фильтрованием. К полученному раствору при помешивании приливают небольшими порциями концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока раствор не станет просветляться (около 40 см³).

2.3.4. *Приготовление раствора хлористого натрия или хлористого калия концентрацией $c(NaCl)$ или $c(KCl)=0{,}05$ моль/дм³*

2,9227 г хлористого натрия или 3,7278 г хлористого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 120 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют дистиллированной водой и доводят раствор водой до метки.

Допускается приготовление растворов из фиксаналов.

2.3.5. *Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3)_2=0{,}05$ моль/дм³*

8,5 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят раствор водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.3.5.1. *Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра*

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают бюреткой 20 см³ раствора хлористого калия или хлористого натрия концентрацией 0,05 моль/дм³, добавляют 4 капли раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном помешивании до изменения цвета раствора со взмученным осадком от лимонного до слабооранжевого.

Коэффициент поправки к раствору азотнокислого серебра (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1=\frac{V\cdot K}{V_1},$$

где V — объем раствора хлористого калия или хлористого натрия, см³;

K — коэффициент поправки раствора хлористого калия или хлористого натрия, равный 1;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³.

2.3.6. *Приготовление раствора железа сернокислого (III)*

220 г железа сернокислого (II) 7-водного переносят в коническую колбу вместимостью 2000 см³, растворяют в 1000 см³ дистил-

лированной воды, с помощью цилиндра приливают 33 см³ концентрированной серной кислоты и подогревают на электроплитке до кипения. К горячему раствору приливают концентрированную азотную кислоту (около 26 см³) до бурного выделения паров окислов азота. Раствор охлаждают и оставляют для осветления на 1—2 сут.

2.3.7. *Приготовление раствора роданистого аммония или роданистого калия концентрацией $c(NH_4CSN)$ или $c(KSCN)$ = =0,05 моль/дм³*

Около 4 г роданистого аммония или 4,86 г роданистого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

2.3.7.1. *Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия*

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают бюреткой 25 см³ раствора азотнокислого серебра, добавляют 2 см³ насыщенного раствора железоаммонийных квасцов, 50—100 см³ дистиллированной воды и титруют раствором роданистого аммония или роданистого калия до неисчезающей слабо-оранжевой окраски.

Коэффициент поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия (K_2) вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3},$$

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра, см³;
K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;
V_3 — объем раствора роданистого аммония или роданистого калия, израсходованный на титрование, см³.

2.4. Проведение испытания

Навеску испытуемого продукта массой около 2 г переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и приливают 20 см³ азотной кислоты с массовой концентрацией 10%. Содержимое колбы встряхивают, чтобы оно увлажнилось кислотой, и приливают 100—120 см³ дистиллированной воды. Раствор в колбе периодически взбалтывают в течение 5 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают отстояться не менее 1 мин. Пипеткой вместимостью 50 см³, опущенной в колбу с таким расчетом, чтобы она не касалась осадка, отбирают 50 см³ вытяжки и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. К раствору приливают 2 см³ насыщенного раствора железоаммонийных

квасцов или железа (III) сернокислого, добавляют бюреткой избыточное количество (2—5 см³) раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3)=0{,}05$ моль/дм³. Избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония $c(NH_4SCN)$ или роданистого калия $c(KSCN)$ концентрацией $=0{,}05$ моль/дм³.

Титрование проводят при энергичном помешивании содержимого колбы до слабо-оранжевой окраски.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю хлоридов, выраженных в виде хлорида натрия (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(V_4\cdot K_1-V_5\cdot K_2)\cdot 0{,}002922\cdot V_6\cdot 100}{m\cdot V_7},$$

где V_4 — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный к испытуемому раствору, см³;

V_5 — объем раствора роданистого аммония (или калия), израсходованный на титрование, см³;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;

K_2 — коэффициент поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия;

0,002922 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3)=0{,}05$ моль/дм³, г;

V_6 — объем всей водной вытяжки, см³;

m — масса навески, г;

V_7 — объем раствора, израсходованного для титрования, см³.

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

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05%, а между результатами, полученными в разных условиях (в разное время, в разных лабораториях, при работе на разных приборах),— 0,1%.

3. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

3.1. Сущность метода заключается в прямом измерении концентрации ионов натрия в растворе с использованием натриевого селективного электрода.

Метод позволяет определять содержание натрия в комбикормах и комбикормовом сырье от 0,023 до 2,3% и хлористого натрия — от 0,06 до 5,8%.

Определение содержания натрия и хлористого натрия ионометрическим методом проводят с применением стандартной добавки натрия или без добавки.

3.2. Определение содержания натрия и хлористого натрия без применения стандартной добавки раствора натрия

3.2.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Иономер типа ЭВ-74 или других аналогичных марок.

Электрод ионоселективный натриевый типа ЭСЛ-51—07.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Шкаф сушильный с температурой нагрева 120°С.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1 или других аналогичных марок.

Мешалка магнитная.

Бумага масштабно-координатная марки ПЛН (полулогарифмическая) по ГОСТ 334.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см^3, исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 и 10 см^3, исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Стаканы стеклянные вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный вместимостью 50 и 100 см^3, исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч. или стандарт-титр.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

3.2.2. *Подготовка к испытанию*

3.2.2.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

3.2.2.2. *Приготовление буферного раствора*

53,49 г хлористого аммония взвешивают с точностью до второго десятичного знака, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 78 см^3 водного аммиака и объем доводят дистиллированной водой до метки.

3.2.2.3. *Приготовление смеси буферного раствора и сернокислого магния*

1,23 г сернокислого магния помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают туда 80 см³ буферного раствора, приготовленного по п. 3.2.2.2, и объем доводят дистиллированной водой до метки. Раствор служит фоном при приготовлении растворов сравнения.

3.2.2.4. *Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией c(NaCl)=0,1 моль/дм³*

5,8443 г хлористого натрия, предварительно высушенного до постоянной массы при 100°С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем доводят до метки смесью, приготовленной по п. 3.2.2.3.

3.2.2.5. *Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией c (NaCl)=0,01 моль/дм³*

50 см³ раствора хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и объем доводят до метки раствором, приготовленным по п. 3.2.2.3.

3.2.2.6. *Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией c(NaCl)=0,001 моль/дм³*

50 см³ раствора хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и объем доводят до метки раствором, приготовленным по п. 3.2.2.3.

3.2.2.7. *Подготовка натриевого ионоселективного электрода и хлорсеребряного электрода сравнения к работе*

Электроды готовят к работе в соответствии с паспортом, прилагаемым к электродам.

В промежутках между проведением анализов натриевый ионоселективный электрод хранят в растворе хлористого натрия концентрацией $c(NaCl)=0,1$ моль/дм³.

Электрод сравнения хранят в дистиллированной воде.

3.2.2.8. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика из трех растворов сравнения, приготовленных по п. 3.2.2.4; 3.2.2.5; 3.2.2.6, содержащих соответственно 2,3; 0,23; 0,023 г/дм³ натрия, отмеривают примерно по 30 см³ растворов и вносят в стаканы вместимостью 50 см³. Раствор хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ используют для контроля настройки иономера, который настраивают в режиме «pX», равным 1,1. После измерения электроды ополаскивают дистиллированной водой, затем поочередно стаканы помещают на магнитную мешалку, в стаканы с растворами помещают электроды и через 1—3 мин измеряют значение потенциала натрия (pNa) в порядке возрастания массовой концентрации ионов натрия в эталонных растворах, потенциал которых соответственно равен 3,01; 2,10; 1.1.

На основании полученных данных строят градуировочный график на бумаге с полулогарифмической сеткой, откладывая по оси абсцисс значение концентрации натрия в растворах, г/дм³, а по оси ординат — соответствующее им значение pNa.

После градуировки прибора электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой.

3.2.3. *Проведение испытания*

Навеску измельченного продукта массой 10 г взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 92 см³ дистиллированной воды и перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 10 мин. За 1—2 мин до окончания перемешивания к полученной суспензии приливают 8 см³ буферного раствора, приготовленного по п. 3.2.2.2, и снова перемешивают 1—2 мин. Затем суспензии дают отстояться не менее 1 мин.

Отмеряют мерным цилиндром 40 см³ раствора, который наливают в стакан вместимостью 50 см³. Стакан с раствором устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды и измеряют значение потенциала pNa.

Используя значение потенциала pNa находят концентрацию натрия.

3.2.4. *Обработка результатов*

3.2.4.1. Массовую долю натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c \cdot V_8 \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где c — концентрация натрия, найденная по градуировочному графику, г/дм³;

V_8 — объем испытуемого раствора, равный 100 см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент перевода кубических дециметров в кубические сантиметры.

3.2.4.2. Массовую долю хлористого натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 2{,}54 \cdot X_1,$$

где X_1 — массовая доля натрия, %;

2,54 — коэффициент пересчета натрия на хлористый натрий.

Допускается рассчитывать содержание натрия и хлористого натрия с помощью вспомогательных таблиц (см. приложения 1 и 2).

3.3. Определение содержания натрия и хлористого натрия с применением стандартной добавки натрия

Метод используют при определении малых содержаний веществ, а также при определении натрия и хлористого натрия в сложных системах, содержащих высокие концентрации посторонних веществ.

3.3.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 3.2.1.

3.3.2. *Подготовка к испытанию*

3.3.2.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

3.3.2.2. Приготовление растворов и реактивов — по п. 3.2.2.2.—3.2.2.6 и дополнительно.

3.3.2.3. *Приготовление стандартного раствора натрия*

5,08 г хлористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки. 1 см^3 раствора содержит 0,02 г натрия.

3.3.2.4. Подготовка натриевого ионоселективного и хлорсеребряного электродов к работе — по п. 3.2.2.7.

3.3.3. *Проведение испытания*

Проведение испытания — по п. 3.2.3.

После измерения потенциала анализируемого раствора (pNa_1) в стакан приливают 0,4 см^3 стандартного раствора натрия, приготовленного по п. 3.3.2.3, и измеряют потенциал раствора (pNa_2).

3.3.4. *Обработка результатов*

3.3.4.1. Массовую долю натрия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{\Delta c}{10\ \Delta\ pNa - 1},$$

где c — изменение концентрации натрия после введения добавки, равное 0,2 %;

ΔpNa — разность показаний шкалы прибора до введения добавки и после введения добавки ($pNa_1 - pNa_2$).

3.3.4.2. Массовую долю хлористого натрия вычисляют по п. 3.2.4.2.

Допускается вычислять содержание натрия и хлористого натрия с помощью вспомогательной таблицы (см. приложение 3).

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

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и между двумя результатами, полученными в разных условиях (D) (в разное время, в разных лабора-

ториях, при работе на разных приборах), не должны превышать следующих значений:

$$d=0{,}02+0{,}07\ \overline{X};$$

$$D=0{,}02+0{,}1\ \overline{\overline{X}},$$

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

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

Допускаемые расхождения (d, D) между результатами определений рассчитаны с доверительной вероятностью $P=0{,}95$.

Границы погрешности результата измерения в процентах при односторонней доверительной вероятности $P=0{,}95$ в зависимости от значения измеряемой величины определяют выражением

$$\Delta=\pm(0{,}012+0{,}06\ X_3),$$

где X_3 — массовая доля натрия, %.

4. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ХЛОРИДОВ

4.1. Сущность метода заключается в растворении хлоридов пробы испытуемого продукта в воде, осветлении раствора, слабом окислении с помощью азотной кислоты, осаждении хлоридов в виде хлорида серебра с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра, титровании избытка нитрата серебра с помощью стандартного титрованного раствора роданида аммония или роданида калия.

Метод применяется при экспортно-импортных поставках комбикормов, белково-витаминных добавок и комбикормового сырья.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1.

Колбы мерные вместимостью 100, 200, 500 и 1000 см³ исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 50, 100 и 250 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см³ исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Пипетки вместимостью 25, 50 и 100 см³ исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Бюретки вместимостью 5, 10 и 25 см³ исполнений 1, 2, 3, 6 по ГОСТ 20292.

Цилиндры вместимостью 100 и 500 $см^3$ исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Уголь активированный, не содержащий и не адсорбирующий хлориды.

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

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10%.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207.

Аммоний роданистый или калий роданистый по ГОСТ 4139.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Гексан.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

4.3.2. *Приготовление раствора Карреза-1*

21,9 г уксуснокислого цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в дистиллированной воде, добавляют 3 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доводят объем водой до метки.

4.3.3. *Приготовление раствора Карреза-2*

10,6 г железистосинеродистого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.3.4. Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов — по п. 2.2.3.

4.3.5. *Приготовление раствора хлористого калия или хлористого натрия концентрацией $c(KCl)$ или $c(NaCl)=0{,}1$ моль/$дм^3$*

7,4556 г хлористого калия или 5,8454 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 120°С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют дистиллированной водой и доводят раствор водой до метки.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

4.3.6. *Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3)=0{,}1$ моль/$дм^3$*

17,00 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в небольшом количестве дистил-

лированной воды и доводят раствор водой до метки. Хранят раствор в склянке из темного стекла длительное время.

Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра проводят по п. 2.3.5.1.

Точную концентрацию раствора азотнокислого серебра (c_1), моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_1 = c \cdot K_1,$$

где c — заданная концентрация азотнокислого серебра в растворе, моль/дм^3;

K_1 — коэффициент поправки к раствору азотнокислого серебра.

4.3.7. *Приготовление раствора роданистого аммония или роданистого калия концентрацией $c(NH_4SCN)$ или $c(KSCN) = 0{,}1$ моль/дм^3*

Около 8,00 г роданистого аммония или 9,72 г роданистого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия проводят по п. 2.3.7.1.

Точную концентрацию раствора роданистого аммония или роданистого калия (c_2), моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_2 = c_3 \cdot K_2,$$

где c_2 — заданная концентрация роданистого аммония или роданистого калия, моль/дм^3;

K_2 — коэффициент поправки к раствору роданистого аммония или роданистого калия.

4.4. Проведение испытания

Навеску испытуемого продукта массой около 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и добавляют туда 400 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора Карреза-1, перемешивают, затем приливают 5 см^3 раствора Карреза-2. Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания 30 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Для получения бесцветных и прозрачных вытяжек в колбу с навеской добавляют 1 г активированного угля.

Для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутого гидротермической обработке, испытание проводят, как описано выше, но не фильтруют. 100 см^3 фильтрата или вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объем раствора ацетоном до метки, раствор перемешивают и фильтруют.

В коническую колбу переносят аликвотную часть (25—100 см³) фильтрата (согласно ожидаемому содержанию хлоридов). Аликвотная часть должна содержать не более 150 мг хлора. Раствор доводят дистиллированной водой до объема не менее 50 см³, прибавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, 2 см³ насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и две капли раствора роданистого аммония или роданистого калия из бюретки, заполненной до нулевой отметки (остаток раствора используется затем для титрования избыточного количества азотнокислого серебра). Затем добавляют раствор азотнокислого серебра из бюретки или пипетки до исчезновения красного окрашивания и некоторое его избыточное количество (для комбикормов и сырья в зависимости от предполагаемого содержания хлоридов общее количество прибавленного азотнокислого серебра составляет от 2 до 5 см³, для контрольного опыта — от 0,5 до 2 см³). При добавлении азотнокислого серебра колбу с содержимым энергично встряхивают для коагуляции выпадающего осадка. Для обеспечения лучшей коагуляции выпадающего осадка добавляют 5 см³ гексана. Затем титруют избыточное количество азотнокислого серебра раствором роданистого аммония или роданистого калия до появления красновато-коричневого цвета, не исчезающего в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя все те же реактивы. Вместо испытуемой вытяжки берут такое же количество дистиллированной воды.

4.5. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов (X_4), выраженных в виде хлорида натрия, в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{5{,}845 \cdot [(V_{10} - V_{10}') \cdot c_1 - (V_{11} - V_{11}') \cdot c_2] \cdot 500}{m \cdot V_9}$$

Массовую долю хлорида натрия для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутого гидротермической обработке, в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}845 \cdot [(V_{10} - V_{10}') \cdot c_1 - (V_{11} - V_{11}') \cdot c_2] \cdot 1000}{m \cdot V_9},$$

где c_1 — точная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³;

c_2 — точная концентрация раствора роданида аммония или калия, моль/дм³;

V_9 — объем аликвотной части фильтрата, используемый для анализа, см³;

V_{10} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в испытуемую пробу, см³;

V'_{10} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в контрольный опыт, $см^3$;

V_{11} — объем раствора роданида аммония или калия, израсходованный на титрование испытуемой пробы, $см^3$;

V'_{11} — объем раствора роданистого аммония или роданистого калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, $см^3$;

m — масса навески, г;

5,845 — коэффициент для пересчета результатов в виде процентного содержания хлористого натрия;

500 — объем всей водной вытяжки, $см^3$;

1000 — объем вытяжки с учетом разведения, $см^3$.

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

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05% при содержании хлорида натрия менее 1%. При содержании хлорида натрия свыше 1% допускаемые относительные расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 5%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Вспомогательная таблица для пересчета pNa в массовую долю натрия (отношение массы пробы к объему экстрагирующего раствора 1 : 10)

Таблица 1

pNa	Массовая доля натрия, %									
	Сотые доли pNa									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,1	2,300	2,208	2,174	2,116	2,070	2,024	1,978	1,932	1,886	1,840
1,2	1,794	1,764	1,725	1,702	1,656	1,610	1,587	1,541	1,518	1,472
1,3	1,442	1,403	1,380	1,357	1,311	1,288	1,265	1,290	1,196	1,173
1,4	1,150	1,127	1,104	1,081	1,058	1,035	1,012	0,989	0,961	0,943
1,5	0,920	0,897	0,879	0,862	0,840	0,816	0,805	0,782	0,770	0,748
1,6	0,736	0,713	0,702	0,678	0,660	0,644	0,632	0,614	0,598	0,585
1,7	0,575	0,564	0,552	0,540	0,524	0,511	0,501	0,488	0,478	0,465
1,8	0,455	0,448	0,439	0,426	0,414	0,407	0,402	0,391	0,380	0,370
1,9	0,361	0,352	0,345	0,338	0,329	0,322	0,315	0,310	0,304	0,293
2,0	0,288	0,281	0,276	0,271	0,264	0,258	0,253	0,246	0,242	0,235
2,1	0,230	0,225	0,218	0,214	0,209	0,205	0,200	0,196	0,191	0,186
2,2	0,182	0,178	0,175	0,170	0,165	0,162	0,159	0,155	0,152	0,147
2,3	0,145	0,140	0,138	0,136	0,132	0,129	0,126	0,123	0,121	0,117
2,4	0,115	0,113	0,110	0,107	0,104	0,102	0,100	0,097	0,095	0,092
2,5	0,090	0,087	0,085	0,083	0,080	0,078	0,076	0,074	0,073	0,071
2,6	0,069	0,067	0,066	0,064	0,063	0,061	0,059	0,058	0,056	0,055
2,7	0,053	0,052	0,051	0,049	0,048	0,047	0,046	0,045	0,044	0,043
2,8	0,041	0,040	0,039	0,038	0,037	0,036	0,035	0,034	0,034	0,033
2,9	0,032	0,031	0,030	0,029	0,029	0,028	0,028	0,027	0,026	0,025
3,0	0,024									

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Вспомогательная таблица для пересчета pNa в массовую долю хлорида натрия (отношение массы пробы к объему экстрагирующего раствора 1 : 10)

Таблица 2

pNa	Массовая доля хлорида натрия, %									
	Сотые доли pNa									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,1	5,842	5,608	5,522	5,375	5,258	5,141	5,024	4,907	4,790	4,674
1,2	4,557	4,481	4,382	4,323	4,206	4,089	4,031	3,914	3,856	3,739
1,3	3,663	3,564	3,505	3,447	3,330	3,272	3,213	3,124	3,038	2,979
1,4	2,921	2,863	2,804	2,746	2,687	2,629	2,570	2,512	2,441	2,395
1,5	2,337	2,278	2,233	2,189	2,134	2,073	2,045	1,986	1,956	1,900
1,6	1,869	1,811	1,783	1,722	1,676	1,636	1,605	1,560	1,519	1,486
1,7	1,461	1,433	1,402	1,372	1,331	1,298	1,273	1,240	1,214	1,181
1,8	1,156	1,138	1,115	1,082	1,052	1,034	1,021	0,993	0,965	0,940
1,9	0,917	0,894	0,876	0,859	0,836	0,818	0,800	0,787	0,772	0,744
2,0	0,732	0,714	0,701	0,688	0,671	0,655	0,643	0,625	0,615	0,597
2,1	0,584	0,572	0,554	0,544	0,531	0,521	0,508	0,498	0,485	0,472
2,2	0,462	0,452	0,444	0,432	0,419	0,411	0,404	0,394	0,386	0,373
2,3	0,368	0,356	0,351	0,345	0,335	0,328	0,320	0,312	0,307	0,297
2,4	0,292	0,287	0,279	0,272	0,264	0,259	0,254	0,246	0,241	0,234
2,5	0,229	0,220	0,215	0,211	0,203	0,198	0,193	0,188	0,185	0,180
2,6	0,175	0,170	0,168	0,163	0,160	0,155	0,150	0,147	0,142	0,140
2,7	0,135	0,132	0,130	0,124	0,122	0,119	0,117	0,114	0,111	0,109
2,8	0,104	0,102	0,099	0,097	0,094	0,091	0,089	0,086	0,086	0,084
2,9	0,081	0,079	0,076	0,074	0,074	0,071	0,071	0,069	0,066	0,064
3,0	0,061									

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

Вспомогательная таблица для пересчета pNa в массовую долю натрия и хлористого натрия, %

Таблица 3

ΔpNa	$10^{\Delta pNa}-1$	Na, %	NaCl, %	ΔpNa	$10^{\Delta pNa}-1$	Na, %	NaCl, %
0,05	0,122	1,64	4,17	0,36	1,291	0,15	0,39
0,06	0,148	1,35	3,43	0,37	1,344	0,15	0,38
0,07	0,175	1,14	2,90	0,38	1,399	0,14	0,36
0,08	0,202	0,99	2,52	0,39	1,455	0,14	0,36
0,09	0,230	0,87	2,21	0,40	1,512	0,13	0,33
0,10	0,259	0,77	1,96	0,41	1,570	0,13	0,33
0,11	0,288	0,69	1,75	0,42	1,630	0,12	0,31
0,12	0,318	0,63	1,60	0,43	1,692	0,12	0,31
0,13	0,349	0,57	1,45	0,44	1,754	0,11	0,28
0,14	0,380	0,53	1,35	0,45	1,818	0,11	0,28
0,15	0,413	0,48	1,22	0,46	1,884	0,11	0,28
0,16	0,445	0,45	1,14	0,47	1,951	0,10	0,25
0,17	0,479	0,42	1,07	0,48	2,020	0,10	0,25
0,18	0,514	0,39	0,99	0,49	2,090	0,10	0,25
0,19	0,549	0,36	0,92	0,50	2,162	0,09	0,23
0,20	0,585	0,34	0,86	0,51	2,236	0,09	0,23
0,21	0,622	0,32	0,81	0,52	2,311	0,09	0,23
0,22	0,660	0,30	0,76	0,53	2,388	0,08	0,20
0,23	0,698	0,29	0,74	0,54	2,467	0,08	0,20
0,24	0,738	0,27	0,69	0,55	2,548	0,08	0,20
0,25	0,778	0,26	0,66	0,56	2,631	0,08	0,20
0,26	0,820	0,24	0,62	0,57	2,715	0,07	0,18
0,27	0,862	0,23	0,59	0,58	2,802	0,07	0,18
0,28	0,905	0,22	0,56	0,59	2,890	0,07	0,18
0,29	0,950	0,21	0,53	0,60	2,981	0,07	0,18
0,30	0,995	0,20	0,51	0,61	3,074	0,07	0,18
0,31	1,042	0,19	0,48	0,62	3,169	0,06	0,15
0,32	1,089	0,18	0,46	0,63	3,266	0,06	0,15
0,33	1,138	0,18	0,46	0,64	3,365	0,06	0,15
0,34	1,188	0,17	0,43	0,65	3,467	0,06	0,15
0,35	1,239	0,16	0,41	0,66	3,571	0,06	0,15

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минхлебопродуктом СССР**

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   А. Д. Пелевин, Н. В. Лисицына, Н. П. Куликовская, Э. Г. Нечаева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.89 № 2320**

3. **Срок первой проверки — 1994 г.**

4. **Стандарт в части раздела 4 соответствует стандарту ИСО 6495—80**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.2
ГОСТ 334—73	3.2.1
ГОСТ 1277—75	2.2; 4.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 2603—79	4.2
ГОСТ 3760—64	3.2.1
ГОСТ 3773—72	3.2.1
ГОСТ 4139—75	2.2; 4.2
ГОСТ 4148—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4205—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4207—75	4.2
ГОСТ 4233—77	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 4234—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4459—75	2.2; 4.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4523—77	3.2.1
ГОСТ 5823—78	4.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 12026—76	4.2
ГОСТ 13496.0—80	1.1
ГОСТ 13586.3—83	1.1
ГОСТ 13979.0—86	1.1
ГОСТ 17681—82	1.1
ГОСТ 17792—72	3.2.1
ГОСТ 20292—84	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2.1; 4.2

Редактор *М. В. Глушкова*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 03.08.89 Подп. в печ. 05.10.89 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,17 уч.-изд. л.
Тираж 6 000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 887

gost.e-ecolog.ru