ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53862— 2010

КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения оксикислот

Издание официальное

БЗ 6—2010/225

Москва
Стандартинформ
2011

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»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 сентября 2010 г. № 220-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 в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2011

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, БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения оксикислот

Mixed feeds, protein-vitamin-mineral concentrates.
Method for determination of oxiacids

Дата введения — 2011—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты и устанавливает гравиметрический метод определения оксикислот в диапазоне измерений от 0,3 % до 100 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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

Издание официальное

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **оксикислоты:** Вторичные продукты окисления липидов.

4 Требования техники безопасности

4.1 При выполнении определения 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 работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу с растворителями необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

5 Отбор и подготовка проб к анализу

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

5.2 Подготовка пробы к анализу — по ГОСТ Р 51419.

6 Определение оксикислот

Метод основан на нерастворимости оксикислот в петролейном эфире. Оксикислоты определяют путем взвешивания после их очистки от гидролизованного жира петролейным эфиром и высушивания до постоянной массы.

6.1 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемых абсолютных погрешностей однократного взвешивания не более ± 0,0001 и не более ± 0,01 г.

Мельница лабораторная, обеспечивающая размол испытуемого продукта до крупности менее 1 мм.

Сито лабораторное с отверстиями диаметром 1 мм.

Колбы конические с пришлифованными пробками Кн-1-100(250)-14/23(29/32) ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-25(30, 50, 100) по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 1(2)-2-1(10, 25) по ГОСТ 29169.

Воронки лабораторные В-56(100)-80(150, 200) ХС по ГОСТ 25336.

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

Холодильник обратимый ХСВО-10-14/23(19/26) ХС по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Тигли по ГОСТ 9147.

Щипцы для тиглей муфельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-400 ТС по ГОСТ 25336.

Печь муфельная.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

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

Холодильник бытовой.

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

Палочки стеклянные.

Эфир диэтиловый фармакопейный.

Эфир петролейный марки 40/70.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232, насыщенный водный раствор.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор молярной концентрации c (КОН) = = 2 моль/дм^3 (2 н).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, о.с.ч., раствор с массовой долей 10 %.

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

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н).

Натрий сернокислый, безводный по ГОСТ 4166, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных.

6.2 Подготовка к анализу

6.2.1 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия молярной концентрации c(КОН) = 2 моль/дм^3 (2 н)

Навеску гидроокиси калия массой 112,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения не ограничен в плотно закрытой емкости.

6.2.2 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 %

Навеску индикатора массой 1,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения не ограничен в плотно закрытой емкости.

6.2.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

1 г растворимого крахмала помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и приливают 90 см^3 дистиллированной воды. Стакан ставят на плитку, нагревают до кипения при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин. После этого раствор крахмала переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

6.2.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н)

Навеску тиосульфата натрия массой 2,48 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла. Срок хранения не ограничен.

6.2.5 Приготовление насыщенного водного раствора йодистого калия

5,0—5,5 г йодистого калия растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды. Раствор йодистого калия хранят в емкости из темного стекла не более шести месяцев. Перед использованием его обязательно

проверяют. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 30 см³ раствора уксусной кислоты и хлороформа в соотношении 3:2, добавляют 1 см³ насыщенного водного раствора йодистого калия. Содержимое колбы энергично взбалтывают и сразу прибавляют 100 см³ дистиллированной воды и 1 см³ раствора крахмала (см. 6.2.3). Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 0,07 см³ раствора тиосульфата натрия (см. 6.2.4), то насыщенный водный раствор йодистого калия использовать нельзя. Следует приготовить свежий раствор.

6.2.6 Проверка наличия перекисей в диэтиловом и петролейном эфирах

25 см³ эфира вносят в коническую колбу вместимостью 100 см³. Добавляют 1 см³ насыщенного раствора йодистого калия (см. 6.2.5), 10 см³ ледяной уксусной кислоты, встряхивают содержимое колбы и ставят на 10 мин в темное место.

Появление по истечении времени желтой окраски раствора указывает на наличие перекисей.

6.2.7 Очистка диэтилового и петролейного эфиров от перекисей

В склянку с эфиром вносят 10—20 г гидроокиси калия, встряхивают и ставят в темное место на одни сутки. Перед использованием эфир проверяют на наличие перекисей по 6.2.6.

6.2.8 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % — по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Условия проведения анализа

6.3.1.1 Диэтиловый и петролейный эфиры не должны содержать перекиси.

Проверку эфиров на наличие перекисей проводят по 6.2.6, очистку эфиров, при необходимости — по 6.2.7.

6.3.1.2 Измерения проводят при рассеянном дневном свете или искусственном освещении.

6.3.1.3 Пришлифованные стеклянные поверхности не следует смазывать.

6.3.1.4 Для определения оксикислот требуется не менее 1,0 г липидов (при меньшем количестве возрастает погрешность определения).

Навеску исследуемого продукта для получения необходимого количества X, г, липидов вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_3}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса липидов, необходимая для анализа, г;

m_2 — масса испытуемого продукта, г;

m_3 — содержание сырого жира в испытуемом продукте, г.

Пример — Поступила на анализ проба белково-витаминно-минерального концентрата массой 2000 г с содержанием сырого жира 5 %. Следовательно, содержание сырого жира в испытуемой пробе равно 100 г. Масса навески концентрата для определения оксикислот будет равна:

$$\frac{1,0 \cdot 2000}{100} = 20 \text{ г}.$$

6.3.1.5 Определение содержания сырого жира в испытуемой пробе — по ГОСТ 13496.15.

6.3.2 Выполнение измерений

6.3.2.1 Экстракция липидов

Навеску испытуемого продукта, измельченную на лабораторной мельнице до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм и рассчитанную по 6.3.1.4 (20 г), взвешивают с погрешностью не более ± 0,01 г и помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см³. Добавляют равное количество (20 г) сернокислого натрия, тщательно перемешивают и заливают двойным количеством (80 см³) хлороформа или диэтилового эфира. Колбу с содержимым оставляют в холодильнике на 4 ч, периодически встряхивая.

По истечении указанного времени содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в предварительно высушенную до постоянной массы выпарительную чашку. Для полной экстракции навеску испытуемого продукта после фильтрации промывают диэтиловым эфиром, сливая промывной раствор в ту же выпарительную чашку. Завершение экстракции липидов контролируют фильтровальной бумагой путем смачивания вытекающей капли. При отсутствии на фильтровальной бумаге жирового пятна экстракцию считают законченной.

После этого выпарительную чашку ставят на водяную баню и выпаривают эфир при температуре (40 ± 5) °С до полного удаления запаха. Оставшиеся липиды высушивают в сушильном шкафу при температуре (75 ± 2) °С до постоянной массы. Чашку с липидами взвешивают с записью результатов до второго десятичного знака.

6.3.2.2 Определение оксикислот

Полученные по 6.3.2.1 липиды количественно переносят 50 см³ спиртового раствора гидроокиси калия (см. 6.2.1) в коническую колбу вместимостью 250 см³. К колбе присоединяют обратимый холодильник, ставят ее в водяную баню и омыляют липиды в течение 1 ч при температуре от 90 °С до 100 °С. Затем холодильник отсоединяют и при этой же температуре удаляют спирт до полного исчезновения запаха. После этого колбу вынимают из водяной бани, приливают 30 см³ горячей дистиллированной воды и омыленный раствор переносят в делительную воронку, тщательно промывая колбу небольшими порциями горячей дистиллированной воды. В воронку вносят несколько капель фенолфталеина и разлагают мыло при сильном встряхивании горячей соляной кислотой (см. 6.2.8), которую прибавляют в небольшом избытке, устанавливая это по изменению окраски фенолфталеина.

После охлаждения в воронку при перемешивании содержимого круговыми движениями медленно тонкой струей приливают 50 см³ петролейного эфира. Для предупреждения образования комочков оксикислот воронку встряхивают несколько раз и оставляют на 12—14 ч.

Во время отстаивания из раствора выпадают в виде хлопьев нерастворимые в петролейном эфире оксикислоты, которые сосредотачиваются на границе разделения эфирного раствора и водного кислого слоя. Кислый водный слой спускают из воронки, а петролейный экстракт фильтруют через бумажный фильтр. Делительную воронку и фильтр тщательно промывают петролейным эфиром до полного удаления неокисленных жирных кислот. О полноте промывки судят по отсутствию жирного пятна на фильтровальной бумаге.

Нерастворимые в петролейном эфире оксикислоты, оставшиеся на стенках делительной воронки и на фильтре, растворяют порциями горячего этилового спирта. Спиртовой раствор пропускают через тот же фильтр в другую колбу и концентрируют на водяной бане до небольшого объема. Остаток количественно переносят в предварительно прокаленный тигель небольшими порциями диэтилового эфира. Эфир выпаривают и тигель с содержимым (оксикислоты и минеральные соли) высушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С до постоянной массы, которую учитывают после охлаждения в эксикаторе. Затем тигель с содержимым прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С до постоянной массы (*a*). После охлаждения тигель с минеральными солями взвешивают (*b*).

Взвешивание в обоих случаях проводят с погрешностью не более ± 0,002 г.

6.4 Обработка результатов анализа

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 выпарительной пустой чашки, г.

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

6.4.2 Содержание оксикислот, свободных от минеральных солей, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{m_л}, \quad (3)$$

где a — масса тигля с оксикислотами и минеральными солями, г;

b — масса тигля с минеральными солями, г;

100 — пересчет в проценты;

$m_л$ — масса выделенных липидов, г.

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

6.4.4 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, %;

r — значение предела повторяемости, % (см. раздел 8).

7 Контроль точности результатов измерений

Границы относительной погрешности измерений количества оксикислот (δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет $\pm$ 13 %.

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:

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях повторяемости, %;

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях воспроизводимости, %.

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

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

8 Оформление результатов измерений

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

$$\overline{X} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (7)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение содержания оксикислот, признанное приемлемым (см. 7.4.4), %;

δ — границы относительной погрешности определения содержания оксикислот, $\pm$ 13 % (см. раздел 4).

УДК 636.087.07:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКП 92 9630

Ключевые слова: комбикорм, белково-витаминно-минеральный концентрат, метод, липиды, экстракция, омыление, оксикислоты

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

Сдано в набор 03.03.2011. Подписано в печать 21.03.2011. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 131 экз. Зак. 170.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.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