МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13496.1— 2019

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания натрия и хлоридов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 487-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13496.1—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.1—98

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования безопасности 2
4 Условия проведения испытаний 2
5 Требования к квалификации оператора 3
6 Отбор проб 3
7 Подготовка проб 3
8 Ионометрический метод определения натрия 3
9 Ионометрический метод определения хлоридов 6
10 Аргентометрический метод определения хлорида натрия 10

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 8. Подраздел 8.2	Кальция гидрооксид стандарт-титр pH 12,45 по ГОСТ 8.135.	Кальция гидрооксид стандарт-титр pH 12,43 по ГОСТ 8.135.
Раздел 8. Подпункт 8.3.1.2	Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.	Буферный раствор гидрооксида кальция 12,43 ед. pH Буферный раствор гидрооксида кальция 12,43 ед. pH готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.
Раздел 10. Подраздел 10.2	Сульфат железа (III)-аммония (далее — квасцы железоаммонийные), х. ч.	Сульфат железа (III)-аммония (далее — квасцы железоаммонийные), ч. д. а.

(ИУС № 11 2025 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания натрия и хлоридов

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

Дата введения — 2020—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает ионометрические методы определения содержания натрия и хлоридов и аргентометрический метод определения хлорида натрия.

Данные методы не распространяются на продукцию минерального происхождения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4217 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4459 Реактивы. Калий хромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4919.2 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17681 Мука животного происхождения. Методы испытаний

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования безопасности

3.1 При выполнении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, электробезопасности при работе с электроприборами — по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0, требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

3.2 Работу с химическими реактивами проводят в вытяжном шкафу.

3.3 Помещение, в котором проводят выполнение испытаний, должно быть оснащено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.4 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

4 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды ..... от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего инструктажи на рабочем месте по электробезопасности, противопожарной безопасности, освоившего метод в процессе обучения и выполнившего нормативы оперативного контроля точности испытаний.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 27668.

7 Подготовка проб

Подготовка проб — по ГОСТ ISO 6498.

Анализируемую пробу измельчают до прохода через сито с размером стороны ячейки 1 мм.

Подготовленные пробы хранят в стеклянных или пластмассовых емкостях с крышками в сухом месте.

8 Ионометрический метод определения натрия

8.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в экстракции содержащегося в пробе натрия буферным раствором гидрооксида кальция и последующем определении натрия с использованием стеклянного натрийселективного электрода.

Диапазон измерений массовой доли натрия — от 0,023 % до 2,300 %.

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия — по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности — не более ± 0,2 мг.

Иономер, pH-метр, с погрешностью измерений электродвижущей силы (ЭДС) не более 1 мВ и дискретностью измерений не более 0,1 мВ.

Электрод натрийселективный стеклянный с линейной функцией в диапазоне измерений от $pC_{Na^+} = -0,5$ до $pC_{Na^+} = 4$ при температуре 25 °С.

Электрод вспомогательный хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда.

Мешалка лабораторная магнитная с регулировкой для настройки на постоянную скорость перемешивания.

Шкаф сушильный лабораторный с рабочей температурой не ниже 120 °С и точностью поддержания температуры не более ± 2 °С.

Аппарат для встряхивания жидкостей.

Колбы Кн-1(2)—500—29/32(34/35) ХС ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)—50(100, 200, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы лабораторные В(Н)-1(2)—100 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—2—1(5, 10, 25) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(2)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Кальция гидрооксид стандарт-титр pH 12,45 по ГОСТ 8.135.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих указанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

8.3 Подготовка к испытанию

8.3.1 Приготовление растворов

8.3.1.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С — 25 °С неограниченное время, если нет других указаний. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

8.3.1.2 Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH

Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.

Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде в затемненном месте, если не указаны другие условия и сроки хранения в прилагаемой инструкции к стандарт-титру.

8.3.1.3 Приготовление раствора для экстракции натрия

20 $см^3$ буферного раствора гидрооксида кальция (см. 8.3.1.2) переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор готовят в день проведения испытания.

8.3.1.4 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$

Навеску хлорида натрия 2,9222 г, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде и доводят объем раствора в колбе до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

8.3.1.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,05 моль/$дм^3$

10 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$ (см. 8.3.1.4) переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

8.3.1.6 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,001 моль/$дм^3$

2 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,05 моль/$дм^3$ (см. 8.3.1.5) переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

8.3.2 Подготовка pH-метра

8.3.2.1 Проверка pH-метра

Проверку pH-метра проводят в соответствии с инструкцией по буферным растворам, приготовленным по ГОСТ 4919.2, или с использованием стандарт-титров для pH-метрии.

8.3.2.2 Подготовка индикаторного натрийселективного электрода

Перед испытанием каждой пробы электрод выдерживают при перемешивании в течение 10 мин в дистиллированной воде с ее двухразовой сменой, а затем в течение 5 мин в растворе хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,001 моль/$дм^3$ (см. 8.3.1.6).

После проведения испытания электродную пару тщательно промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

8.4 Проведение испытания

Испытуемую пробу массой около 0,6; 6,0; 30,0 г (при ожидаемом содержании натрия соответственно 1,20 %; 0,40 %; 0,04 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ с притертой пробкой. Добавляют 200 $см^3$ раствора для экстракции натрия (см. 8.3.1.3) и взбалтывают в течение 10 мин.

5 $см^3$ полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,05 моль/$дм^3$ (см. 8.3.1.5), 5 $см^3$ буферного раствора гидрооксида кальция (см. 8.3.1.2) и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Раствор перемешивают и переносят в первый стакан, опускают в него электродную пару и магнитную вертушку. Измеряют ЭДС цепи до постоянного значения потенциала (E_1).

Электродную пару опускают во второй стакан с 50 $см^3$ полученной суспензии и измеряют ЭДС цепи. После установления постоянного значения потенциала (E_2) к суспензии добавляют 0,5 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$ (см. 8.3.3) и снова измеряют ЭДС до постоянного значения потенциала E_3.

Полученные значения потенциалов (E_1, E_2, E_3) фиксируют в лабораторном журнале.

8.5 Обработка результатов

Массовую долю натрия в пробе X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2{,}2990}{(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1) \cdot m}, \quad (1)$$

где 2,2990 — содержание натрия в 200 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,5 моль/дм^3;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$S = - E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции Na^+, мВ;

m — масса навески, г.

При содержании натрия более 0,1 % результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

При содержании натрия менее 0,1 % результат вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, округленное до второго десятичного знака.

8.6 Контроль точности результатов испытаний

8.6.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, %

$$r = 0{,}061\overline{X} + 0{,}011, \quad (2)$$

где 0,061 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,011 — коэффициент.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

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

Допускается проведение испытания без параллельных определений массовой доли натрия при наличии межгосударственного стандартного образца. Расхождение между среднеарифметическим значением результатов испытаний стандартного образца и его аттестованным значением, указанным в свидетельстве, не должно превышать допускаемого отклонения $\overline{D}$, %

$$\overline{D} = 0{,}059 \cdot X_{атт} + 0{,}036, \quad (3)$$

где 0,059 — коэффициент регрессии;

$X_{атт}$ — аттестованное значение массовой доли натрия в стандартном образце, %;

0,036 — коэффициент.

Испытания проб и стандартных образцов проводят в двух параллельных испытаниях.

8.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных испытуемых пробах в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, %

$$R = 0{,}084\overline{\overline{X}} + 0{,}051, \quad (4)$$

где 0,084 — коэффициент регрессии;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух лабораторий, %;

0,051 — коэффициент.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.7 Оформление результатов

Результат определения массовой доли натрия в пробе, вычисленный по формуле (1), представляют в виде ($X \pm \Delta_{абс}$), %, где $\Delta_{абс}$ — граница абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95:

$$\Delta_{абс} = 0{,}05\overline{X} + 0{,}03, \quad (5)$$

где 0,05 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,03 — коэффициент.

8.8 Массовую долю натрия в сухом веществе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (6)$$

где X_1 — массовая доля натрия в испытуемой пробе, вычисленная по формуле (1), %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Примечание — Допускается пересчет массовой доли натрия, вычисленной по формуле (1), на массовую долю хлорида натрия по формуле

$$X_3 = 2{,}54\ X_1, \quad (7)$$

где 2,54 — коэффициент пересчета натрия на хлорид натрия;

X_1 — массовая доля натрия в испытуемой пробе, вычисленная по формуле (1).

9 Ионометрический метод определения хлоридов

9.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в экстракции раствором азотной кислоты содержащихся в пробе хлоридов и последующем их определении методом добавок с помощью твердофазного хлорселективного электрода.

Диапазон измерений массовой доли хлоридов в пробе — от 0,04 % до 3,52 %.

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия — по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г.

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 мг.

Иономер, pH-метр, с погрешностью измерений электродвижущей силы (ЭДС) не более 1 мВ и дискретностью измерений не более 0,1 мВ.

Электрод твердофазный хлоридселективный с линейной функцией в диапазоне измерений от $c(Cl^-) = 3 \cdot 10^{-5}$ до $c(Cl^-) = 10^{-1}$ ($pC_{Cl^-} = 2$ до $pC_{Cl^-} = 11$) при температуре 25 °С.

Электрод вспомогательный хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда.

Ключ электролитический, заполненный раствором нитрата калия.

Мешалка лабораторная магнитная с регулировкой для настройки на постоянную скорость перемешивания.

Шкаф сушильный лабораторный с рабочей температурой не ниже 120 °С и точностью поддержания температуры не более ± 2 °С.

Аппарат для встряхивания жидкостей.

Колбы мерные 1(2)—50(100, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы лабораторные В(Н)-1(2)—100 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1(2)—500—29/32(34/35) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—2-1(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(2)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Кислота азотная концентрированная плотностью 1,39—1,42 г/дм^3 по ГОСТ 4461, х. ч.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих указанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

9.3 Подготовка к испытанию

9.3.1 Приготовление растворов

9.3.1.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С — 25 °С неограниченное время, если настоящим стандартом не установлены другие требования. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

9.3.1.2 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3) = 0{,}1$ моль/дм^3

6,7 см^3 азотной кислоты плотностью 1,4 г/см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают (операцию проводят в вытяжном шкафу).

9.3.1.3 Приготовление раствора азотнокислого калия молярной концентрации $c(KNO_3) = 1$ моль/дм^3

Навеску азотнокислого калия 10,1107 г, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

9.3.1.4 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl) = 0{,}5$ моль/дм^3

Раствор готовят по 8.3.1.4.

9.3.1.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl) = 0{,}05$ моль/дм^3

Раствор готовят по 8.3.1.5.

9.3.1.6 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl) = 0{,}001$ моль/дм^3

Раствор готовят по 8.3.1.6.

9.3.2 Подготовка pH-метра

9.3.2.1 Проверка pH-метра

Проверку pH-метра проводят в соответствии с инструкцией по буферным растворам, приготовленным по ГОСТ 4919.2, или с использованием стандарт-титров для pH-метрии.

9.3.2.2 Подготовка индикаторного хлоридселективного электрода

Перед испытанием каждой пробы электрод выдерживают при перемешивании в течение 10 мин в дистиллированной воде с ее двухразовой сменой, а затем в течение 5 мин в растворе хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,001 моль/дм^3 (см. 8.3.1.6).

После проведения испытания электродную пару тщательно промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

9.4 Проведение испытания

Навеску комбикорма массой около 2,0; 6,0; 30,0 г (при ожидаемом содержании хлоридов соответственно 1,80 %; 0,60 %; 0,06 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой. Добавляют 200 см^3 раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3 (см. 9.3.1.2) и взбалтывают в течение 10 мин.

5 см^3 полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,05 моль/дм^3 (см. 9.3.1.5) и доводят объем раствора в колбе до метки раствором азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3 (см. 9.3.1.2). Раствор перемешивают и переносят в первый стакан, куда опускают индикаторный электрод и магнитную вертушку. Индикаторный электрод с помощью солевого мостика, заполненного раствором нитрата калия молярной концентрации $c(KNO_3)$ = 1 моль/дм^3 (см. 9.3.1.3), соединяют с хлорсеребряным электродом сравнения. Измеряют ЭДС цепи до постоянного значения потенциала (E_1).

Индикаторный электрод, соединенный солевым мостиком с хлорсеребряным электродом, и магнитную вертушку опускают во второй стакан с 50 см^3 полученной суспензии и измеряют ЭДС цепи. После установления постоянного значения потенциала (E_2) к суспензии добавляют 0,5 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/дм^3 (см. 8.3.3) и снова измеряют ЭДС до постоянного значения потенциала E_3.

Полученные значения потенциалов (E_1, E_2, E_3) фиксируют в лабораторном журнале.

9.5 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов в пробе X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{3{,}5453}{(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1) \cdot m}, \qquad (8)$$

где 3,5453 — содержание хлоридов в 200 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/дм^3, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$S = E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции Cl^-, мВ;

m — масса навески, г.

При содержании хлоридов более 0,1 % результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

При содержании хлоридов менее 0,1 % результат вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, округленное до второго десятичного знака.

9.6 Контроль точности результатов испытаний

9.6.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

9.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним

и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, %

$$r = 0{,}032\overline{X} + 0{,}014, \quad (9)$$

где 0,032 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,014 — коэффициент.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

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

Допускается проведение испытания без параллельных определений массовой доли натрия при наличии межгосударственного стандартного образца. Расхождение между среднеарифметическим значением результатов испытаний стандартного образца и его аттестованным значением, указанным в свидетельстве, не должно превышать допускаемого отклонения $\overline{D}$, %

$$\overline{D} = 0{,}05 \cdot X_{\text{атт}} + 0{,}027, \quad (10)$$

где 0,05 — коэффициент регрессии;

$X_{\text{атт}}$ — аттестованное значение массовой доли хлоридов в стандартном образце, %;

0,027 — коэффициент.

9.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, %

$$R = 0{,}071\overline{\overline{X}} + 0{,}038, \quad (11)$$

где 0,071 — коэффициент регрессии;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух лабораторий, %;

0,038 — коэффициент.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

Контрольные испытания проб и стандартных образцов проводят в двух параллельных испытаниях.

9.7 Оформление результатов

Результат определения массовой доли хлоридов в пробе, вычисленный по формуле (8), представляют в виде ($X \pm \Delta_{\text{абс}}$), %, где $\Delta_{\text{абс}}$ — граница абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95

$$\Delta_{\text{абс}} = 0{,}04\overline{X} + 0{,}02, \quad (12)$$

где 0,04 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,02 — коэффициент.

9.8 Массовую долю хлоридов в сухом веществе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (13)$$

где X_1 — массовая доля хлоридов в испытуемой пробе, вычисленная по формуле (8), %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Примечание — Допускается пересчет массовой доли хлоридов, вычисленной по формуле (8), на массовую долю хлорида натрия, по формуле

$$X_3 = 1{,}648\ X_1, \quad (14)$$

где 1,648 — коэффициент пересчета хлоридов на хлорид натрия;

X_1 — массовая доля хлоридов в пробе, вычисленная по формуле (8).

10 Аргентометрический метод определения хлорида натрия

10.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в растворении хлоридов пробы в воде, осаждении белков, осаждении в кислой среде хлоридов в виде хлорида серебра с помощью раствора нитрата серебра и титровании избытка нитрата серебра раствором роданистого калия или роданистого аммония в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора.

10.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия — по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 мг.

Аппарат для встряхивания жидкостей.

Шкаф сушильный лабораторный с рабочей температурой не ниже 120 °С и точностью поддержания температуры не более ± 2 °С.

Колбы мерные 1(2)—100(200, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1(2)—50(100, 250)—29/32(34/35) ХС ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—1(2)—2(5, 10, 25) по ГОСТ 29227.

Бюретки 1—1(2)—2—5(10, 25) по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(2)—50(100, 500)—2 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Уголь активированный, не содержащий и не сорбирующий хлориды.

Кислота азотная концентрированная плотностью 1,39—1,42 г/дм^3 по ГОСТ 4461, х. ч.

Сульфат железа (III)-аммония (далее — квасцы железоаммонийные), х. ч.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х. ч.

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

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, х. ч.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч.

Калий роданистый по ГОСТ 4139 или аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Гексан.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих указанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

10.3 Приготовление растворов

10.3.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С — 25 °С неограниченное время, если нет других указаний. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

10.3.2 Приготовление раствора Карреза-1

10,6 г железистосинеродистого 3-водного калия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

10.3.3 Приготовление раствора Карреза-2

21,9 г уксуснокислого 2-водного цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом объеме дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

10.3.4 Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов

500 г измельченных квасцов растворяют в 1000 см^3 кипящей дистиллированной воды. Раствор охлаждают, помещая колбу в холодную воду.

Образовавшиеся кристаллы отделяют декантацией или фильтрованием. К полученному раствору при перемешивании добавляют небольшими порциями концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока раствор не станет прозрачным (около 40 см^3).

10.3.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации *c*(NaCl) = 0,1 моль/дм^3

5,8454 г хлорида натрия, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

Допускается приготовление раствора стандарт-титра.

10.3.6 Приготовление раствора хромовокислого калия с массовой долей 10 %

10 г хромовокислого калия растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды.

10.3.7 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации *c*($AgNO_3$) = = 0,1 моль/дм^3

17,00 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

Раствор хранят в емкости из темного стекла.

10.3.8 Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 отмеряют 20 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, добавляют чтыре капли раствора хромовокислого калия массовой долей 10 % и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном перемешивании до изменения окраски раствора от лимонной до слабо-оранжевой.

Коэффициент поправки к раствору азотнокислого серебра K_1 вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V \cdot K}{V_1}, \quad (15)$$

где V — объем раствора хлорида натрия, см^3;

K — коэффициент поправки раствора хлорида натрия, равный 1;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3.

10.3.9 Молярную концентрацию раствора азотнокислого серебра c_1, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_1 = c \cdot K_1, \quad (16)$$

где c — заданная молярная концентрация азотнокислого серебра в растворе, равная 0,1 моль/дм^3;

K_1 — коэффициент поправки к раствору азотнокислого серебра.

10.3.10 Приготовление раствора роданистого калия или роданистого аммония молярной концентрации *c*(KSCN) или *c*(NH_4SCN) = 0,1 моль/дм^3

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

Раствор хранят в емкости из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

10.3.11 Определение коэффициента поправки раствора роданистого калия или роданистого аммония

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отмеряют 25 см^3 раствора азотнокислого серебра, добавляют 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов, 50—100 см^3 дистиллированной воды и титруют раствором роданистого калия или роданистого аммония до неисчезающей слабо-оранжевой окраски.

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

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3}, \quad (17)$$

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;

V_3 — объем раствора роданистого калия или роданистого аммония, израсходованный на титрование, см^3.

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

$$c_2 = c_3 \cdot K_2, \quad (18)$$

где c_3 — заданная молярная концентрация раствора роданистого калия или роданистого аммония, равная 0,1 моль/дм^3;

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

10.4 Проведение испытания

Испытуемую пробу массой около 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 400 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора Карреза-1, перемешивают и добавляют 5 см^3 раствора Карреза-2. Содержимое колбы перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин, доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Для получения неокрашенных и прозрачных вытяжек в колбу с навеской добавляют 1 г активированного угля.

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

В коническую колбу переносят аликвотную часть (25—100 см^3) фильтрата соответственно ожидаемому содержанию хлоридов. Аликвотная часть должна содержать не более 150 мг хлорида. Раствор доводят дистиллированной водой до объема не менее 50 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и две капли раствора роданистого калия или роданистого аммония из бюретки, заполненной до нулевой отметки (остаток раствора используется потом для титрования избытка азотнокислого серебра). Затем добавляют раствор азотнокислого серебра из бюретки или пипетки до исчезновения красной окраски и небольшой избыток этого раствора (для комбикормов и сырья в зависимости от ожидаемого содержания хлоридов объем добавленного азотнокислого серебра составляет от 2 до 5 см^3, для контрольного опыта — от 0,5 до 2 см^3). При добавлении азотнокислого серебра содержимое колбы энергично встряхивают для коагуля-

ции выпадающего осадка. Для обеспечения лучшей коагуляции осадка добавляют 5 см^3 гексана. Опыт выполняют в вытяжном шкафу. Потом избыток азотнокислого серебра титруют раствором роданистого калия или роданистого аммония до появления красновато-коричневой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы.

10.5 Обработка результатов

Массовую долю в пробе хлорида натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}845 \cdot \left[\left(V_5 - V_5'\right) \cdot c_1 - \left(V_6 - V_6'\right) \cdot c_2\right] \cdot 500}{m \cdot V_4}, \quad (19)$$

где 5,845 — коэффициент для пересчета результата в виде процентного содержания хлорида натрия;

V_5 — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в испытуемый раствор, см^3;

V_5' — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в контрольный раствор, см^3;

c_1 — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

V_6 — объем раствора роданистого калия или роданистого аммония, использованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

V_6' — объем раствора роданистого калия или роданистого аммония, использованный на титрование контрольного раствора, см^3;

c_2 — точная молярная концентрация раствора роданистого калия или роданистого аммония, моль/дм^3;

500 — общий объем водной вытяжки, см^3;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части фильтрата, использованный для испытания, см^3.

Для комбикормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутых гидротермической обработке, массовую долю хлорида натрия вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}845 \cdot \left[\left(V_5 - V_5'\right) \cdot c_1 - \left(V_6 - V_6'\right) \cdot c_2\right] \cdot 1000}{m \cdot V_4}, \quad (20)$$

где 1000 — общий объем водной вытяжки, см^3;

Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, округленное до второго десятичного знака.

10.6 Контроль точности результатов испытаний

10.6.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

10.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

При содержании хлорида натрия в пробе менее 1 % абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости), $r_{абс}$ = 0,05 %.

При содержании хлорида натрия в пробе более 1 % расхождение отдельных независимых испытаний (X_1, % и X_2, %), полученных одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же

лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, должно соответствовать условию

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r_{отн}, \quad (21)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, %;

$r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости, %, равное 5 %.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

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

10.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

При содержании хлорида натрия в пробе менее 1 % абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости, $R_{абс}$ = 0,1 %.

При содержании хлорида натрия в пробе более 1 % относительное расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, $\overline{X}_{1лаб}$, %, и $\overline{X}_{2лаб}$, %, на идентичных пробах разными операторами с использованием различных экземпляров оборудования должно соответствовать условию

$$|\overline{X}_{1лаб} - \overline{X}_{2лаб}| \le 0{,}01 \cdot \overline{X}_{лаб} \cdot R_{отн}, \quad (22)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$\overline{X}_{лаб}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений в двух лабораториях, %;

$R_{отн}$ — относительное значение предела воспроизводимости, %, равное 10 %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: комбикорма, комбикормовое сырье, натрий, хлорид, хлорид натрия, ионометрический метод, метод добавок, натрийселективный электрод, хлоридселективный электрод, аргентометрический метод

БЗ 8—2019/111

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 12.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 13496.1—2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 8. Подраздел 8.2	Кальция гидрооксид стандарт-титр pH 12,45 по ГОСТ 8.135.	Кальция гидрооксид стандарт-титр pH 12,43 по ГОСТ 8.135.
Раздел 8. Подпункт 8.3.1.2	Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH Буферный раствор гидрооксида кальция 12,45 ед. pH готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.	Буферный раствор гидрооксида кальция 12,43 ед. pH Буферный раствор гидрооксида кальция 12,43 ед. pH готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.
Раздел 10. Подраздел 10.2	Сульфат железа (III)-аммония (далее — квасцы железоаммонийные), х. ч.	Сульфат железа (III)-аммония (далее — квасцы железоаммонийные), ч. д. а.

(ИУС № 11 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru