ГОСТ 13496.12—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения общей кислотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ТК 41; Киевским институтом хлебопродуктов

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 7 сентября 1999 г. № 291-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13496.12—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.12—75

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения общей кислотности

Mixed fodder, raw mixed fodder. Method for determination of total oxidity

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 7631—2008 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей

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

ГОСТ 9404—88 Мука и отруби. Метод определения влажности

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17792—72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 31339—2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

общая кислотность: Суммарное содержание слабых органических многоосновных кислот в комбикормах или комбикормовом сырье. Измеряется в градусах Неймана;

градус Неймана (°Н): Единица общей кислотности, что соответствует 1 см^3 раствора щелочи концентрации 1 моль/дм^3, израсходованному в процессе нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г комбикорма или комбикормового сырья.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 (здесь и далее).

Издание официальное

4 Основные положения

Суть метода состоит в pH-метрическом титровании водной вытяжки пробы комбикорма или комбикормового сырья раствором гидроксида калия до pH 8,20 и последующем расчете общей кислотности, исходя из объема израсходованной на титрование щелочи, и определения градуса Неймана.

5 Методы отбора проб

Отбор проб по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 9404, ГОСТ 7631, ГОСТ 31339.

6 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:
- иономер ЭВ-74;
- электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-63-07 для измерения при температуре от 25 до 100 °С;
- электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-43-07 для измерения при температуре от 0 до 40 °С;
- электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792;
- термокомпенсатор ТКА-7;
- термометр-1-63 ТЛ-2;
- мешалку магнитную типа ММ-3;
- мельничку лабораторную типа МРП или других аналогичных марок;
- сито с отверстиями диаметром 1 мм;
- ступку фарфоровую с пестиком по ГОСТ 9147;
- ножницы;
- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- набор гирь по ГОСТ 7328;
- колбы мерные вместимостью 1000 и 25 $см^3$ исполнений 1; 2; 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- колбу мерную вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- стакан химический вместимостью 50 $см^3$ или 100 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- цилиндр мерный вместимостью 250 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные вместимостью 10 и 1 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- воронки стеклянные диаметром 36—56 мм по ГОСТ 25336;
- палочку стеклянную длиной 15—20 см;
- калия гидроокись х. ч. по ГОСТ 24363 или стандарт-титр (использование натрия гидроксида недопустимо);
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026.

Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерения, которые имеют такие же или лучшие метрологические характеристики.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Подготовка проб

Из средней пробы комбикорма или комбикормового сырья методом квартования (ГОСТ 13496.0) выделяют около 100 г продукта, измельчают на лабораторной мельничке и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Остаток на сите дополнительно измельчают ножницами или пестиком в ступке, присоединяют к просеянной части и старательно перемешивают.

7.2 Подготовка к работе электрода стеклянного лабораторного и электрода сравнения хлорсеребряного насыщенного проводится в соответствии с паспортами на них.

После каждого измерения электроды старательно промывают дистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой.

В промежутках между проведением анализов электроды сохраняют в дистиллированной воде.

7.3 Подготовка иономера ЭВ-74 к работе в режиме pH-метра проводится в соответствии с паспортом на прибор.

7.4.1 Для приготовления раствора гидроксида калия концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 навеску реактива массой 5,611 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, старательно перемешивают и доводят водой до метки.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

7.4.2 Для определения коэффициента поправки раствора гидроксида калия около 30 см^3 этого раствора переносят в стакан вместимостью 100 см^3, куда опускают электродную пару, и при постоянном перемешивании на магнитной мешалке измеряют pH.

Коэффициент поправки раствора гидроксида калия, K_{KOH}, рассчитывают по формуле:

$$K_{KOH} = \frac{10^{-(14 - pH)}}{0,1}, \quad (1)$$

где $10^{-(14-pH)}$ — точная концентрация раствора гидроксида калия, моль/дм^3;

pH — показание иономера;

0,1 — заданная концентрация раствора гидроксида калия, моль/дм^3.

8 Порядок проведения анализа

Навеску исследуемого продукта массой 26 г помещают в сухую коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 250 см^3 дистиллированной воды и, закрыв колбу пробкой, взбалтывают непрерывно в течение 10 мин. 25 см^3 полученной таким образом суспензии через воронку отливают по стеклянной палочке в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Содержимое колбы количественно переносят в стакан вместимостью 50 см^3 или 100 см^3, куда опускают электродную пару. При постоянном перемешивании на магнитной мешалке к суспензии пипеткой по каплям добавляют раствор гидроксида калия концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 до тех пор, пока pH не достигнет значения 8,20.

Используют пипетку вместимостью 10 см^3, если pH суспензии меньше шести, или 1 см^3, если pH суспензии больше шести.

Объем израсходованной на титрование щелочи фиксируют в лабораторном журнале.

9 Расчет результата анализа

Общую кислотность комбикорма или комбикормового сырья X, выраженную в градусах Неймана, °Н, рассчитывают по формуле

$$X = 4 \cdot V \cdot K, \quad (2)$$

где 4 — коэффициент пересчета на 100 г продукта;

V — объем раствора гидроксида калия, израсходованный для достижения pH 8,20, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроксида калия, рассчитанный по формуле (1).

За конечный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до второго десятичного знака.

10 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс.}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс.}$), при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс.} = 0,06 \cdot \overline{X} - 0,11, \quad (3)$$

$$D_{абс.} = 0,08 \cdot \overline{\overline{X}} + 0,25, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, °Н;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, °Н;

0,06; 0,11; 0,08; 0,25 — коэффициенты регрессии.

11 Оформление результата анализа

Полученный результат записывают в лабораторном журнале или выдают заказчику в соответствии с формой, указанной в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Образец формы записи результата анализа

Дата	Проба №, название комбикорма или комбикормового сырья	Общая кислотность, X, °Н	Исполнитель

УДК 636.085:543.852:006.354 МКС 65.120 С19 ОКСТУ 9296

Ключевые слова: комбикорма, комбикормовое сырье, общая кислотность, pH-метрия, титрование до pH 8,20

gost.e-ecolog.ru