МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 29113— 2016

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения массовой доли карбамида

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2016 г. № 91-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2016 г. № 1604-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 29113—2016 г. введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 29113—91

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения массовой доли карбамида

Feeds, mixed feeds, feed raw materials. Methods for determination of urea mass fraction

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма, комбикормовое сырье, кормовые концентраты, содержащие карбамид, и устанавливает спектрометрический и уреазный методы определения массовой доли карбамида.

При возникновении разногласий в определении массовой доли карбамида применяют спектрометрический метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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 OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2493—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
ГОСТ 6217—74 Уголь активный древесный дробленый. Технические условия
ГОСТ ISO 6497—2014 Корма. Отбор проб
ГОСТ ISO 6498—2014 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний
ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 10854—2015 Семена масличные. Методы определения сорной, масличной и особо учитываемой примеси
ГОСТ 17109—88 Соя. Требования при заготовках и поставках
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Требования безопасности и условия выполнения измерений

3.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

3.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

3.3 К выполнению измерений допускаются лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие инструкции по эксплуатации используемых приборов.

3.4 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 30 °С;
- атмосферное давление . . . . . от 84 до 106 кПа;
- напряжение в питающей электросети . . . . . от 200 до 240 В;
- частота переменного тока . . . . . от 49 до 51 Гц;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 80 %.

4 Спектрометрический метод определения массовой доли карбамида

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения, полученного при реакции карбамида и экстрагированного из испытуемой пробы с помощью фосфатного буфера, с раствором 4-диметиламинобензальдегида, и последующем измерении оптической плотности анализируемого раствора при длине волны 420 нм и толщине поглощающего слоя 10 мм.

4.2 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли карбамида с расширенной неопределенностью результатов измерений при коэффициенте охвата $k = 2$, указанной в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели точности и прецизионности метода при проведении измерений массовой доли карбамида

Диапазон измерений массовой доли карбамида, %	Значение относительной расширенной неопределенности U при коэффициенте охвата k = 2, %	Относительное стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R, %	Предел повторяемости, r, % (при P = 0,95, n = 2)
От 0,060 до 1,0 включ.	30	5	15	14
Св. 1,0 до 10,0 включ.	17	3	8,5	8

4.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

4.3.1 Для определения массовой доли карбамида спектрометрическим методом применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- спектрофотометр с диапазоном длин волн от 190 до 1100 нм, пределами допускаемой абсолютной погрешности при измерении оптической плотности ±0,003;
- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой погрешности ±0,001 г;
- весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,2 мг;
- pH-метр, или универсальный иономер, с диапазоном измерений от 3 до 10 ед. pH с погрешностью измерения ±0,1 ед. pH;
- баню водяную с диапазоном температур от 5 °С до 80 °С и стабильностью поддержания температуры ±1 °С;
- мельницу лабораторную;
- холодильник бытовой с цифровым контроллером температуры и рабочим диапазоном температур от 0 °С до 8 °С;
- шейкер лабораторный для перемешивания жидкостей в сосудах;
- шейкер вибрационный для пробирок (пробирочный вортекс) со скоростью вращения от 40 до 1000 об/мин;
- воронки стеклянные по ГОСТ 25336;
- колбы 1—100 (250, 1000)—2 с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн—2—10(250)—29/32 ТС с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336;
- пипетки 2—2—1—2(5,10, 20) по ГОСТ 29227;
- пробирки П 1—16—150 ХС с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1—10(100)-1 по ГОСТ 1770;
- фильтры обеззоленные «Синяя лента».

4.3.2 При определении массовой доли карбамида спектрометрическим методом применяют следующие реактивы:

- 4-диметиламинобензальдегид с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч.;
- калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный, по ГОСТ 2493, ч. д. а.;
- калий фосфорнокислый однозамещенный 3-водный, по ГОСТ 4198, ч. д. а.;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- карбамид по ГОСТ 6691, ч. д. а.;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, х. ч.;
- кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61, х. ч.;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- уголь активированный древесный по ГОСТ 6217;
- цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х. ч.

4.3.3 Допускается использовать другие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы по характеристикам не ниже указанных.

4.4 Приготовление растворов

4.4.1 Приготовление раствора 4-диметиламинобензальдегида (ДМАБ)

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 1,6 г ДМАБ, 100 см^3 этилового спирта, 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес.

4.4.2 Приготовление раствора Карреза 1

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 22,0 г уксуснокислого цинка, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 ледяной уксусной кислоты, перемешивают. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

4.4.3 Приготовление раствора Карреза 2

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10,6 г железистосинеродистого калия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешивают и доводят объем раствора до метки.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

4.4.4 Приготовление фосфатного буферного раствора с pH 7,0

В две конические колбы вместимостью 250 см^3 вносят по отдельности 3,403 г фосфорнокислого калия однозамещенного и 5,556 г фосфорнокислого калия двузамещенного, добавляют по 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 смешивают полученные растворы, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Измеряют pH и устанавливают его значение до (7,0 $\pm$ 0,1) ортофосфорной кислотой или раствором гидроокиси калия.

Срок хранения раствора при температуре 4 °С — не более 1 мес.

4.4.5 Приготовление основного раствора карбамида массовой концентрации 5 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 5,000 г карбамида, добавляют небольшое количество дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Используют свежеприготовленный раствор.

4.4.6 Приготовление раствора сравнения («холостая проба»)

В конической колбе вместимостью 10 см^3 смешивают 5 см^3 раствора ДМАБ (см. 4.4.1) и 5 см^3 фосфатного буферного раствора (см. 4.4.4).

Используют свежеприготовленный раствор.

4.4.7 Приготовление градуировочных растворов

В десять мерных колб вместимостью 250 см^3 каждая вносят 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16; 18 и 20 см^3 основного раствора карбамида (см. 4.4.5), доводят объемы растворов до меток фосфатным буферным раствором (см. 4.4.4). Массовые концентрации карбамида в полученных градуировочных растворах соответственно равны 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 и 2,0 мг в 5 см^3.

Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

4.5 Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики в десять пробирок вносят по отдельности по 5 см^3 градуировочные растворы (см. 4.4.7), добавляют по 5 см^3 раствора ДМАБ (см. 4.4.1), перемешивают в шейкере 30 с и выдерживают на водяной бане при температуре 25 °С в течение 10 мин. Пробирки охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 420 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см по отношению к оптической плотности «холостой пробы» (см. 4.4.6). Градуировочный раствор с массовой концентрацией 1,0 мг карбамида в 5 см^3 используется в каждом анализе для контроля.

Для каждого градуировочного раствора выполняют два параллельных измерения.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массовой концентрации карбамида (мг/5 см^3), а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Коэффициент корреляции градуировочной характеристики должен быть не менее 0,98.

4.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают заново не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, после поверки или смены спектрофотометра (по всем точкам).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$\frac{|C_{изм} - C_{расч.}| \cdot 100}{C_{расч.}} \le 10\ \%, \qquad (4.1)$$

где $C_{изм}$, $C_{расч.}$ — значения массовой концентрации карбамида в контрольном растворе: найденное с использованием установленной градуировочной характеристики и заданное, соответственно, мг/5 см^3;

10 % — норматив контроля.

Если условие стабильности не выполняется только для одного контрольного раствора, то проводят повторное измерение этого раствора с целью исключения ошибки. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

4.7 Отбор и подготовка проб

4.7.1 Отбор проб кормов, комбикормов, комбикормового сырья проводят в соответствии с ГОСТ ISO 6497.

4.7.2 Анализируемые пробы в форме порошка или микрокапсулированные можно использовать без предварительной подготовки. Анализируемые пробы в форме гранул следует измельчать в механической мельнице.

4.7.3 Пробы, отобранные по 4.7.1, при отсутствии возможности проведения анализа в день отбора хранят в герметично укупоренной таре при температуре от 2 °С до 8 °С до проведения испытания, но не более срока хранения продукции.в соответствии с требованиями по нормативным документам государства, принявшего стандарт.

4.8 Проведение анализа

В мерной колбе с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 взвешивают от 1,00 до 20,00 г[1)] анализируемой пробы, добавляют 180 см^3 фосфатного буферного раствора (см. 4.4.4) и перемешивают в шейкере в течение 30 мин. Добавляют 10 см^3 раствора Карреза 1 (см. 4.4.2) и через 1 мин 10 см^3 раствора Карреза 2 (см. 4.4.3), перемешивают. Добавляют 1,5 г активированного угля, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 30 мин. Доводят объем раствора до метки фосфатным буферным раствором (см. 4.4.4), перемешивают и фильтруют содержимое колбы через фильтр «Синяя лента». Раствор должен быть прозрачным и бесцветным.

5 см^3 анализируемого раствора вносят в пробирку, добавляют 5 см^3 раствора ДМАБ (см. 4.4.1), перемешивают, выдерживают на водяной бане при температуре 25 °С в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 420 нм, используя в качестве раствора сравнения «холостую пробу» (см. 4.4.6). Выполняют два параллельных измерения.

Затем, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую концентрацию карбамида (мг/5 см^3).

4.9 Обработка результатов измерения

Массовую долю карбамида X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 1000}, \qquad (4.2)$$

где C — массовая концентрация карбамида, найденная по градуировочному графику, мг/5 см^3;

V — объем мерной колбы, используемой для приготовления анализируемого раствора, см^3;

m — масса пробы, взятой для анализа, г;

1000 — коэффициент перевода массы из мг в г.

5 Определение массовой доли карбамида уреазным методом

5.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции карбамида водой, гидролизе его ферментом уреазы, содержащимся в семенах сои, и последующем титровании соляной кислотой.

[1)] В зависимости от предполагаемого содержания карбамида.

5.2 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли карбамида с расширенной неопределенностью результатов измерений при коэффициенте охвата $k = 2$, указанной в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели точности и прецизионности метода при проведении измерений массовой доли карбамида

Наименование пробы	Диапазон измерений массовой доли, %	Значение относительной расширенной неопределенности U при коэффициенте охвата $k = 2$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости r, % (при $P = 0,95$, $n = 2$)	Предел воспроизводимости R, % (при $P = 0,95$, $n = 2$)
Кормовой концентрат, комбикорм	От 0,06 до 10,00 включ.	31	5	15	14	42
Карбамидный концентрат	От 0,06 до 10,00 включ.	27	4	13	12	36

5.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

5.3.1 Для определения массовой доли карбамида уреазным методом используют вспомогательное оборудование и материалы по 4.3.1, а также:

- бюретки типа I, исполнения 1; 2; 3; 5, 1-го и 2-го классов точности, вместимостью 2; 5; 10 см^3 по ГОСТ 29251;
- колбы 1—50 (500)—2 с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн—2—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- сито штампованное с отверстиями диаметром 1 мм;
- стекла предметные.

5.3.2 Для определения массовой доли карбамида уреазным методом используют реактивы по 4.3.2, а также:

- сою по ГОСТ 17109;
- метиловый красный спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %;
- метиленовый голубой спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

5.4 Приготовление растворов

5.4.1 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 8,2 см^3 соляной кислоты, постепенно добавляют дистиллированную воду и, перемешивая, доводят объем раствора до метки.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

5.4.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 41 см^3 соляной кислоты, постепенно добавляют дистиллированную воду и, перемешивая, доводят объем раствора до метки.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

5.4.3 Приготовление индикатора

В конической колбе смешивают равные количества спиртового раствора метилового красного и спиртового раствора метиленового голубого.

5.5 Приготовление семян сои для анализа

Из 100 г семян сои, тщательно очищенных от сорной и масличной примесей по ГОСТ 10854, отбирают методом квартования навеску массой 25 г, измельчают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Остаток на сите вновь измельчают и снова просеивают до полного прохода через указанное сито. Оставшиеся частицы пленок отбрасывают. Просеянную часть перемешивают, переносят на стеклянную пластинку и распределяют ровным слоем. Затем слегка придавливают другим стеклом, чтобы слой продукта получился не более 3—4 мм. Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест слоя навеску массой 1 г.

5.6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб проводят по 4.7.

5.7 Проведение испытания

В мерной колбе с притертой пробкой вместимостью 500 см^3 взвешивают 25,00 г анализируемой пробы, приливают 300 см^3 дистиллированной воды, закрывают пробкой и встряхивают на шейкере в течение 5 мин. Затем доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 1 г свежеизмельченных семян сои (см. 5.3), приливают 10 см^3 экстракта карбамидного концентрата, кормового концентрата или 20 см^3 экстракта комбикорма, отобранного осторожно из надосадочной жидкости, смесь встряхивают, доводят объем водой до метки, закрывают пробкой и в течение 2 ч выдерживают при комнатной температуре, перемешивая через каждые 30 мин. Затем отбирают 10 см^3 экстракта (над осадком), переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 5 капель индикатора (см. 5.4.3) и титруют экстракт комбикорма и кормового концентрата раствором соляной кислоты (см. 5.4.1), а экстракт карбамидного концентрата — раствором соляной кислоты (см. 5.4.2) до перехода зеленой окраски раствора в розово-фиолетовую.

5.8 Обработка результатов

5.8.1 Массовую долю карбамида X, %, вычисляют по формулам:

а) в комбикорме и кормовом концентрате

$$X = \frac{(A - 0{,}5) \cdot V \cdot V_1 \cdot 0{,}003 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot V_3}; \quad (5.1)$$

б) в карбамидном концентрате

$$X = \frac{(A - 0{,}1) \cdot V \cdot V_1 \cdot 0{,}015 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot V_3}, \quad (5.2)$$

где A — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование экстракта продукта с карбамидом, см^3;

0,5 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование экстракта комбикорма или кормовой концентрат без карбамида, см^3;

0,1 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование экстракта исходного сырья для карбамидного концентрата без карбамида, см^3;

V — первоначальный объем экстракта анализируемой пробы, см^3;

V_1 — объем взятого на анализ экстракта после разведения, см^3;

0,003 — масса карбамида, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 (см. 5.4.1), г;

0,015 — масса карбамида, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 (см. 5.4.2), г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли карбамида, %;

m — масса пробы, г;

V_2 — объем взятого на анализ экстракта до разведения, см^3;

V_3 — объем экстракта анализируемой пробы, взятого для титрования, см^3.

5.8.2 С целью упрощения вычисления массовой доли карбамида расчет проводят по формулам с вводом коэффициентов, учитывающих соответствующие количественные выражения:

в комбикорме

$$X(\%) = (A - 0{,}5) \cdot 1{,}5, \quad (5.3)$$

в кормовом концентрате

$$X(\%) = (A - 0{,}5) \cdot 3, \quad (5.4)$$

в карбамидном концентрате

$$X(\%) = (A - 0{,}1) \cdot 15. \quad (5.5)$$

6 Контроль правильности результатов измерений

6.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \qquad (6.1)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой доли карбамида, %;
r — значение предела повторяемости, % (см. таблицу 1 или 2).

6.2 Если условие (6.1) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данными методами. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{max} - X_{min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}, \qquad (6.2)$$

где X_{max}, X_{min} — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой доли карбамида, %;
$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и
n — результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r,$$

для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \qquad (6.3)$$

где σ_r — показатель повторяемости, % (см. таблицу 1 или 2).

6.3 Если условие (6.3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями метода измерений.

7 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой доли карбамида, %, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm 0,01 \cdot U \cdot \overline{X}, \text{ при } k = 2, \qquad (7.1)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли карбамида в анализируемой пробе по формуле 4.9.1, 5.1 или 5.2 %;
U — значение относительной расширенной неопределенности, % (в соответствии с таблицей 1 или 2).

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности в абсолютных единицах, содержащее не более двух значащих цифр.

8 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют по ГОСТ ISO 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности рутинного анализа с изменяющимися факторами «время» и «оператор» с использованием контрольных карт Шухарта.

УДК 636.085:006.354

МКС 11.220
65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, определение массовой доли карбамида, спектрометрический метод, уреазный метод

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.11.2016. Подписано в печать 13.12.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,27. Тираж 41 экз. Зак. 3152.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru