МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31485 – 2012

КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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»), Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 41 от 23-24 мая 2012 г.)

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
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт

3 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2012 № 464-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31485-2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01.07.2013

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53024–2008

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта опубликуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений – в информационных

указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены

настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты».

© Стандартинформ, 2013

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

КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов)

Mixed feeds, protein-vitamin-mineral concentrates
Method for determination of peroxide number
(hydroperoxides and peroxides)

Дата введения – 2013–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белково(амидо)-витаминно-минеральные концентраты и устанавливает титриметрический метод определения перекисного числа (содержание активного кислорода в диапазоне измерений от 0,5 до 300 мМоль активного кислорода на 1 кг липидов).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

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

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

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

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

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.2–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) 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 по ежегодно издаваемому 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **перекисное число**: Показатель, характеризующий количество первичных продуктов окисления липидов (гидроперекисей и пероксидов), выраженный в миллимолях активного кислорода в одном килограмме липидов.

3.2 **гидроперекиси**: Первичные продукты окисления липидов в виде быстрореагируемых перекисных соединений

3.3 **пероксиды**: Первичные продукты окисления липидов в виде труднореагируемых перекисных соединений, образующихся при глубоком окислении.

4 Характеристика погрешности измерений

Границы относительной погрешности измерений перекисного числа δ при доверительной вероятности P = 0,95 составляют ± 9 %.

5 Требования техники безопасности

5.1 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.

5.2 Помещение, в котором проводят работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу с растворителями необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

6 Отбор и подготовка проб к анализу

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

6.2 Подготовка пробы к анализу — по [1].

7 Определение перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов)

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления липидов (перекисей и гидроперекисей), содержащихся в испытуемом продукте, с йодистым калием в растворе уксусной кислоты и хлороформа и последующем количественном определении выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

7.1 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 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.

Колбы конические Кн-2-100(250)-34(40) ТХС по ГОСТ 25336.

Сито лабораторное с отверстиями диаметром 1 мм.

Цилиндры 1-25(100) по ГОСТ 1770.

Бюретки 1-1(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные 2-1-2-1 по ГОСТ 29227.

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

Воронки лабораторные В-56(100)-80(100,110) ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1-250ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-400ТС по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

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

Емкости из темного стекла.

Палочки стеклянные.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556, обезжиренная.

Секундомер или часы песочные на 20 мин.

Баня водяная с регулятором нагрева.

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

Штатив химический.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, насыщенный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

Эфир диэтиловый фармакопейный.

Эфир петролейный марки 40/70.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

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

7.2 Подготовка к анализу

7.2.1 Приготовление насыщенного 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. Перед использованием его обязательно проверяют. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 30 $см^3$ раствора уксусной кислоты и хлороформа в соотношении 3:2, добавляют 1 $см^3$ насыщенного раствора йодистого калия. Содержимое колбы энергично взбалтывают и сразу прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и 1 $см^3$ раствора крахмала с массовой долей 1 %. Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 0,07 $см^3$ раствора тиосульфата натрия (см. 7.2.3), то насыщенный раствор йодистого калия использовать нельзя. Следует приготовить свежий раствор.

7.2.2 Приготовление 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 в течение 3 мин. После этого раствор крахмала переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

7.2.3 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации *с* ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н)

Навеску тиосульфата натрия массой 0,79 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла. Срок хранения не ограничен.

Примечание - Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$ проводят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией по приготовлению стандарт-титров. Определение поправки титра К данного раствора выполняется в соответствии с ГОСТ 25794.2 п. 2.11.3. Поправочный коэффициент определяют один раз в месяц. Раствор хранят в емкости из темного стекла. Срок хранения 3 месяца. Раствор, в котором появились хлопья и осадок, хранению не подлежит. Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации *с* ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 Н) готовиться в день проведения испытаний и хранению не подлежит.

7.2.4 Проверка наличия перекисей в диэтиловом эфире

25 см^3 диэтилового эфира вносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3. Добавляют 1 см^3 насыщенного раствора йодистого калия, 10 см^3 ледяной уксусной кислоты, встряхивают содержимое колбы и ставят на 10 мин в темное место.

Появление желтой окраски раствора указывает на наличие перекисей.

7.2.5 Очистка диэтилового эфира от перекисей

В склянку с диэтиловым эфиром вносят 10—20 г гидроокиси калия, встряхивают и ставят в темное место на одни сутки. Перед использованием диэтиловый эфир проверяют на наличие перекисей по 7.2.4.

7.2.6 Обезжиривание ваты — по ГОСТ 4517.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Условия проведения анализа

7.3.1.1 Диэтиловый эфир не должен содержать перекиси.

Проверку диэтилового эфира на наличие перекисей проводят по 7.2.4, очистку эфира, при необходимости — по 7.2.5.

7.3.1.2 Титрование испытуемых проб проводят при рассеянном дневном свете или искусственном освещении.

7.3.1.3 Притертые стеклянные поверхности не следует смазывать.

7.3.1.4 Для определения перекисного числа 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 перекисного числа будет равна

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

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

7.3.2 Выполнение измерений

7.3.2.1 Экстракция липидов

В делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ последовательно вкладывают фильтр, состоящий из плотного тампона гигроскопической ваты, двух кружков фильтровальной бумаги, диаметр которых несколько превышает диаметр делительной воронки, и еще одного ватного тампона. Общая высота фильтра должна быть не менее 5 см.

Навеску испытуемого продукта, рассчитанную по 7.3.1.4, измельчают на лабораторной мельнице до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм, взвешивают с погрешностью не более ± 0,01 г и помещают в делительную воронку, укрепленную на штативе. Под воронкой устанавливают выпарительную чашку, предварительно высушенную до постоянной массы.

В делительную воронку постепенно по мере фильтрации небольшими порциями приливают диэтиловый эфир. Завершение экстрации 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 постоянной массы. Чашку с липидами взвешивают с записью результатов в граммах до второго десятичного знака.

7.3.2.2 Определение гидроперекисей

Полученные по 7.3.2.1 липиды растворяют в 10 $см^3$ хлороформа и переносят в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 250 $см^3$, приливают 15 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, 1 $см^3$ насыщенного раствора йодистого калия и сразу же закрывают пробкой.

Содержимое колбы перемешивают вращательными движениями и ставят в темное место на 20 мин. В 100 $см^3$ дистиллированной воды растворяют 1 $см^3$ раствора крахмала, приготовленного по 7.2.2, и по истечении выдержки этот раствор приливают к содержимому в колбе. Выделившийся йод немедленно титруют раствором тиосульфата натрия (см. 7.2.3) до исчезновения синей окраски.

Объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, учитывают при расчете перекисного числа по 7.4.2.

7.3.2.3 Определение пероксидов

После определения гидроперекисей колбу оставляют на 2 ч. По истечении указанного времени выделившийся йод снова титруют раствором тиосульфата натрия (см. 7.2.3) по 7.3.2.2.

Объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, учитывают при расчете перекисного числа по 7.4.2.

7.3.2.4 Для каждой испытуемой пробы выполняют по два определения.

7.3.2.5 Параллельно с основным анализом проводят контрольный с теми же реактивами, но без навески липидов.

7.4 Обработка результатов анализа

7.4.1 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 проводят до второго десятичного знака.

7.4.2 Перекисное число (масса гидроперекисей и пероксидов) X, 1/2О ммоль/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(Y - Y_1) \cdot 0{,}00127 \cdot 100 \cdot 78{,}7}{m_л}, \quad (3)$$

где Y — суммарный объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в рабочем опыте (см. 7.3.2.2 и 7.3.2.3), см^3;

Y_1 — суммарный объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в контрольном опыте, см^3;

0,00127 — количество йода, эквивалентное 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,01 моль/дм^3;

78,7 — коэффициент перевода единицы измерения перекисного числа, выраженной в процентах йода (в граммах йода на 100 г жира), в ммоль/кг 1/2О;

$m_л$ — масса выделенных липидов, г.

7.4.3 Пересчет перекисного числа, выраженного в ммоль/кг 1/2О на перекисное число X, выраженное в процентах йода, вычисляют по формуле

$$X = \frac{X_1}{78{,}7}, \quad (4)$$

где X_1 — перекисное число, выраженное в ммоль/кг 1/2О.

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

7.4.5 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (5)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, ммоль/кг 1/2О;

r — значение предела повторяемости, ммоль/кг 1/2О (см. раздел 8).

8 Контроль точности результатов измерений

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:

$$r = 0{,}1 \cdot \bar{x}, \tag{6}$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях повторяемости, ммоль/кг 1/2О;

$$R = 0{,}12 \cdot \overline{X}, \tag{7}$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение, полученное в условиях воспроизводимости, ммоль/кг 1/2О.

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.

9 Оформление результатов измерений

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

$$\overline{X} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \tag{8}$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов), признанных приемлемыми (см. 7.4.5), ммоль/кг 1/2О;

δ — границы относительной погрешности определения перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов), % (см. раздел 4).

Библиография

[1] ИСО 6498:1998 Корма для животных. Приготовление проб для испытания

УДК 636.085.55:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: комбикорма, метод, оптическая плотность, спектофотометр, фотоэлектроколориметр, липиды, альдегиды, бензидин

gost.e-ecolog.ru