ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Фотометрический с применением 2,4-динитрофенола и перманганатный методы определения массовой доли водорастворимых углеводов

Издание официальное

БЗ 12—99/598

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы», Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В. Р. Вильямса и Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 8 августа 2000 г. № 202-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов и характеристика погрешности результатов 2
4 Требования техники безопасности 2
5 Фотометрический метод с применением 2,4-динитрофенола 2
6 Перманганатный метод 6
7 Контроль точности анализов 8
Приложение А Библиография 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Фотометрический с применением 2,4-динитрофенола и перманганатный методы определения массовой доли водорастворимых углеводов

Fodders, mixed fodders and animal feed raw stuffs. Photometric with 2,4-dinitrophenol and permanganate methods for determination of water soluble carbohydrates

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов растительного происхождения, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает фотометрический и титриметрический окислительно-восстановительный методы выполнения измерений массовой доли и массовой доли в сухом веществе водорастворимых углеводов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4165—76 Медь сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4174—77 Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6038—79 *D*-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.3—92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги

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

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

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

Издание официальное

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

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

ГОСТ 27548—97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги

ГОСТ 27978—88 Корма зеленые. Технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

3 Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов и характеристика погрешности результатов

Диапазон измерения массовой доли водорастворимых углеводов 1—50 %.

Абсолютную погрешность измерений Δ, %, при $P = 0{,}95$ вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}50 + 0{,}1X, \qquad (1)$$

где X — массовая доля водорастворимых углеводов, %.

4 Требования техники безопасности

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу с использованием резиновых перчаток.

5 Фотометрический метод с применением 2,4-динитрофенола

Сущность метода заключается в восстановлении редуцирующими сахарами 2,4-динитрофенола и фотометрическом определении оптической плотности полученного раствора.

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений типа ИПР-2 или других аналогичных типов, обеспечивающий измельчение проб на отрезки длиной 1 — 3 см.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных типов, обеспечивающая измельчение проб влажностью 2 — 14 % до прохода не менее 90 % пробы через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторного типа СЭШ-3М, обеспечивающие поддержание температуры от 0 до 65 °С с погрешностью ± 2 °С.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная.

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулятором нагрева по ГОСТ 14919.

Секундомер по НД [1].

Холодильник бытовой.

Штативы металлические с гнездами для пробирок.

Фотоэлектроколориметр с пределами измерений оптической плотности от 0 до 1,3; основной погрешностью измерения не более 2,5 % и светофильтром максимумом светопропускания в области (550 ± 25) нм или спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны 550 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Термометр лабораторный, обеспечивающий измерение температуры с погрешностью ±2 °С по ГОСТ 28498.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Колбы мерные 1(2)-2-25(100, 1000) по ГОСТ 1770.

Пробирки стеклянные 1(2,4)-2-50 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2,3,4)-2-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2,4,5,6)-2-о(10,20) по ГОСТ 29228.

Бюретки 1(2,3,6)-2-50 по ГОСТ 29252.

Воронки стеклянные диаметром 70 мм по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Глюкоза безводная по ГОСТ 6038, ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х.ч.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч.д.а.

Фенол по НД [2].

Свинец уксуснокислый основной по НД [3].

2,4-динитрофенол по НД [4].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 27262, ГОСТ 27978.

5.2.2 Подготовка проб

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1 — 3 см. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре 65 °С до состояния, позволяющего размалывать ее на лабораторной мельнице до прохода не менее 90 % через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке и добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Пробы комбикормов, искусственно высушенных кормов размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания или, при превышении норм содержания влаги, указанных в технических требованиях, после предварительного высушивания.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой в сухом месте.

Массовую долю влаги в пробе определяют по ГОСТ 13496.3 и ГОСТ 27548.

5.2.3 Приготовление растворов

5.2.3.1 Приготовление раствора основного уксуснокислого свинца массовой долей 10 %

К навеске основного уксуснокислого свинца массой 100 г приливают 900 $см^3$ горячей дистиллированной воды, раствор перемешивают и оставляют на ночь, после чего фильтруют через бумажный фильтр.

5.2.3.2 Приготовление раствора сернокислого натрия массовой долей 16,5 %

Навеску сульфата натрия массой 165 г растворяют в 835 $см^3$ дистиллированной воды.

5.2.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = =2,3 $моль/дм^3$

185 $см^3$ концентрированной соляной кислоты разбавляют дистиллированной водой до объема раствора 1000 $см^3$.

5.2.3.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = =2,7 $моль/дм^3$

Навеску гидроокиси натрия массой 109 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и после охлаждения объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

5.2.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 %

Навеску гидроокиси натрия массой 50 г растворяют в 950 $см^3$ дистиллированной воды.

5.2.3.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = =0,3 $моль/дм^3$.

240 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 %, приготовленного по 5.2.3.5, разбавляют дистиллированной водой до объема раствора 1000 см^3.

5.2.3.7 Приготовление раствора виннокислого калия-натрия массовой долей 16,66 %

Навеску 4-водного виннокислого калия-натрия массой 100 г растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды.

5.2.3.8 Растворы, приготовленные по 5.2.3.2 — 5.2.3.7, хранят при комнатной температуре. Свежие растворы готовят по мере их расходования.

5.2.3.9 Приготовление раствора 2,4-динитрофенола

Навеску 2,4-динитрофенола массой 7,145 г растворяют при нагревании в 230 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. В колбу прибавляют 100 г виннокислого калия-натрия, растворенного в 500 см^3 дистиллированной воды, и 2,5 г фенола. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Раствор устойчив в течение двух недель. Хранят его в темном месте при комнатной температуре.

5.2.3.10 Приготовление запасного раствора глюкозы массовой концентрации 1 мг/см^3

1,000 г безводной глюкозы растворяют в предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки такой же дистиллированной водой.

5.2.3.11 Приготовление растворов сравнения глюкозы

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 из бюретки наливают запасной раствор глюкозы в объемах, указанных в таблице 1, и доводят его до метки предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

Таблица 1

Номер колбы	Объем запасного раствора глюкозы, см^3	Масса глюкозы в 100 см^3 раствора сравнения, мг
1	6	6
2	12	12
3	16	16
4	20	20
5	24	24

Запасной раствор и растворы сравнения глюкозы при хранении в холодильнике устойчивы в течение одного месяца.

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Приготовление испытуемого раствора

5.3.1.1 Получение экстракта водорастворимых углеводов

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску испытуемой пробы массой 0,500 — 2,500 г (в зависимости от ожидаемого содержания водорастворимых углеводов, таблица 2). В колбу приливают 60 см^3 дистиллированной воды, нагретой до (50 ± 2) °С, и ставят на 15 мин в водяную баню при температуре (50 ± 2) °С.

Таблица 2

Предполагаемое содержание водорастворимых углеводов, %	Рекомендуемая навеска образца, г	Рекомендуемый объем водной вытяжки для кислотного гидролиза, см^3
1 — 3	2,500	20
3 — 7	1,000	15
7 — 15	0,500	15
Более 15	0,500	5

5.3.1.2 Осветление экстракта водорастворимых углеводов

К охлажденному до комнатной температуры раствору приливают 3 см^3 раствора основного уксуснокислого свинца массовой долей 10 % и тщательно перемешивают. Затем жидкости дают несколько отстояться и в колбу приливают 9 см^3 раствора сернокислого натрия массовой долей 16,5 %. Содержимое колбы перемешивают и объем раствора доводят до метки дистиллированной

водой. Снова перемешивают, дают осадку отстояться, после чего фильтруют в сухую коническую колбу через бумажный фильтр.

5.3.1.3 Проведение гидролиза

Отбирают 5 — 20 $см^3$ фильтрата (таблица 2) в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ или в пробирку вместимостью 50 $см^3$. Объем раствора доводят до 20 $см^3$ дистиллированной водой. Затем приливают 3 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 2,3 моль/$дм^3$ и помещают в кипящую водяную баню, уровень воды в которой должен быть выше уровня жидкости в колбе или пробирке. После гидролиза в течение 5 мин раствор охлаждают в водопроводной воде до комнатной температуры и доводят его объем до 25 $см^3$ раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 2,7 моль/$дм^3$. Если после перемешивания появляется осадок, раствор фильтруют через бумажный фильтр.

5.3.1.4 Окрашивание растворов и измерение их оптической плотности

В пробирку вместимостью 20 $см^3$ помещают 2 $см^3$ испытуемого раствора. В такие же пробирки переносят по 2 $см^3$ растворов сравнения. Затем во все пробирки приливают по 6 $см^3$ раствора 2,4-динитрофенола, приготовленного по 5.2.3.9. Для получения нулевого раствора, против которого в дальнейшем проводят фотометрирование окрашенных растворов, в пробирку вместимостью 20 $см^3$ помещают 2 $см^3$ испытуемого раствора, к которому приливают 6 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,3 моль/$дм^3$. Пробирки закрывают притертыми пробками, тщательно перемешивают их содержимое. Затем пробирки открывают, устанавливают в штатив и помещают на 6 мин в кипящую водяную баню. При этом необходимо следить, чтобы в пробирки не попала вода.

При восстановлении 2,4-динитрофенола редуцирующими сахарами окраска раствора меняется от желтой до коричневой. Затем пробирки охлаждают в холодной водопроводной воде в течение 3 мин. Окраска раствора сохраняется стабильной в течение 30 ч.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания при длине волны (550 ± 25) нм или на спектрофотометре при длине волны 550 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм против нулевого раствора. Оптическую плотность каждого раствора измеряют два раза и из полученных значений определяют среднеарифметическое значение. Измерение проводят в диапазоне оптической плотности 0,10 до 0,40. При получении более высокого значения оптической плотности окрашивание повторяют, разбавив испытуемый раствор дистиллированной водой.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, где на оси абсцисс откладывают значения массы глюкозы (мг) в 100 $см^3$ растворов сравнения, а по оси ординат — среднеарифметическое значение двух измерений оптической плотности окрашенных растворов.

5.4.2 Массовую долю водорастворимых углеводов в испытуемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2 4} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_1 — масса глюкозы, найденная по графику, в 100 $см^3$ испытуемого раствора, мг;

V_1 — объем экстракта водорастворимых углеводов, $см^3$;

V_2 — объем экстракта водорастворимых углеводов, взятый для гидролиза, $см^3$;

m — масса навески, мг;

4 — коэффициент пересчета массы водорастворимых углеводов на объем испытуемого раствора (100:25);

100 — коэффициент пересчета, %.

Результаты анализа вычисляют до второго и округляют до первого десятичного знака.

Массовую долю водорастворимых углеводов в сухом веществе, X_c, %, вычисляют по формуле

$$X_c = \frac{X}{100 - W} \cdot 100, \qquad (3)$$

где W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Представление результатов анализа и контроль точности по разделу 7.

6 Перманганатный метод

Метод основан на восстанавливающей способности редуцирующих сахаров и их титриметрическом определении.

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы по 5.1 со следующим дополнением:

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или электровакуумный с разрежением 13 Па.

Колбы с тубусом 1-500 или 2-500 по ГОСТ 25336.

Воронка ВФ-1 ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

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

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х.ч., ч.д.а.

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

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч. или стандарт-титр по НД [5].

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х.ч.

Аммоний железа (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) по НД [6].

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Отбор проб по 5.2.1.

6.2.2 Подготовка проб по 5.2.2.

6.2.3 Приготовление растворов по 5.2.3 со следующими дополнениями:

6.2.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка

Навеску 2-водного уксуснокислого цинка массой 230 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.2 Приготовление раствора сернокислого цинка

Навеску 7-водного сернокислого цинка массой 300 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.3 Приготовление раствора железистосинеродистого калия

Навеску 3-водного железистосинеродистого калия массой 150 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.4 Приготовление раствора сернокислой меди

Навеску 5-водной сернокислой меди массой 40 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.2.3.5 Приготовление щелочного раствора виннокислого калия-натрия

Навеску 4-водного виннокислого калия-натрия массой 200 г и навеску гидроокиси натрия массой 150 г растворяют в дистиллированной воде. После охлаждения объем раствора доводят до 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

6.2.3.6 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

Навеску 12-водных железоаммонийных квасцов массой 100 г растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. К раствору осторожно приливают 109 $см^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

6.2.3.7 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,004 моль/$дм^3$

Навеску марганцовокислого калия массой 0,632 г растворяют в прокипяченной горячей дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. После охлаждения объем раствора доводят до метки прокипяченной дистиллированной водой.

В случае использования стандарт-титра содержимое ампулы стандарт-титра марганцовокислого калия растворяют в прокипяченной горячей дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. После охлаждения объем раствора доводят до метки прокипяченной дистиллированной водой. Полученный раствор разбавляют в 5 раз прокипяченной дистиллированной водой.

Приготовленные растворы марганцовокислого калия используют для анализов не ранее чем через неделю. Перед использованием для анализов, если раствор приготовлен не из стандарт-титра,

для уточнения его концентрации определяют поправочный коэффициент. Для этого 0,126 г 2-водной щавелевой кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3. В колбу приливают 2 см^3 концентрированной серной кислоты и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 20 см^3 раствора щавелевой кислоты, содержимое колбы нагревают на водяной бане до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V_{мк}}, \quad (4)$$

где 20 — объем взятой для титрования щавелевой кислоты, см^3;

$V_{мк}$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование раствора щавелевой кислоты, см^3.

Раствор марганцовокислого калия хранят в бутыли из темного стекла. Через 3 мес хранения повторяют определение поправочного коэффициента.

6.2.3.8 Растворы, приготовленные по 6.2.3.2 — 6.2.3.7, хранят при комнатной температуре и готовят по мере их расходования.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Приготовление испытуемого раствора

6.3.1.1 Получение экстракта водорастворимых углеводов по 5.3.1.1.

6.3.1.2 Осветление экстракта водорастворимых углеводов по 5.3.1.2.

Осветление также можно проводить с использованием растворов уксуснокислого или сернокислого цинка и железистосинеродистого калия. В этом случае к охлажденному до комнатной температуры экстракту водорастворимых углеводов добавляют по 2 см^3 раствора уксуснокислого или сернокислого цинка и раствора железистосинеродистого калия, встряхивают, дают отстояться в течение 10 мин и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы снова перемешивают, дают отстояться и фильтруют в сухие конические колбы через бумажный фильтр.

6.3.1.3 Проведение гидролиза по 5.3.1.3.

6.3.1.4 Проведение окислительно-восстановительных реакций

В пробирку помещают 3 см^3 испытуемого раствора, приливают по 3 см^3 растворов сернокислой меди и щелочного раствора виннокислого калия-натрия. Пробирку после взбалтывания помещают в кипящую водяную баню на 6 мин, затем в сосуд с холодной водопроводной водой и охлаждают до комнатной температуры. Раствор над выпавшим в осадок оксидом меди (I) должен быть синего цвета от избытка ионов меди. Если раствор над осадком обесцвечивается, то определение повторяют с предварительно разбавленным испытуемым раствором.

Жидкость над осадком оксида меди (I) фильтруют с помощью водоструйного или электровакуумного насоса в колбу с тубусом (колбу Бунзена) через фильтрующую воронку, стараясь по возможности не переносить осадок на фильтр. Для предотвращения окисления меди (I) до меди (II) осадок на фильтре и в пробирке должен быть все время покрыт жидкостью. Осадок в пробирке промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды температурой 70 — 80 °С, сливая горячую жидкость через фильтр. Закончив промывание, фильтрующую воронку быстро и осторожно переносят на другую чистую колбу для отсасывания.

После последнего промывания водой в пробирку с осадком для его растворения приливают 5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, смывая им стенки пробирки. После растворения осадка жидкость из пробирки сливают по палочке на фильтрующую воронку. При этом растворяется и та часть оксида меди (I), которая попала на фильтр при промывании осадка водой. Пробирку несколько раз промывают небольшими порциями дистиллированной воды температурой 70 — 80 °С, которые также сливают на фильтр, давая каждый раз стечь жидкости с фильтра и собирая все промывные воды в колбе для отсасывания.

Фильтрующую воронку вынимают из колбы и фильтрат сразу титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы. Одновременно проводят контрольный опыт, включая все стадии анализа, за исключением взятия навески испытуемой пробы.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю водорастворимых углеводов X_1, %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_0)K\,0{,}0007\,V_1 V_3}{V_2 V_4 m} \cdot 100, \quad (5)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

V_0 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

K — поправочный коэффициент к концентрации раствора марганцовокислого калия, определенный по 6.2.3.7;

0,0007 — масса глюкозы, соответствующая 1 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,004 моль/дм^3, мг/см^3;

V_1 — объем экстракта водорастворимых углеводов, см^3;

V_3 — объем гидролизата, см^3;

V_2 — объем экстракта водорастворимых углеводов, взятый для гидролиза, см^3;

V_4 — объем гидролизата, взятый для анализа, см^3;

m — масса навески испытуемой пробы, г;

100 — коэффициент пересчета, %.

Массовую долю водорастворимых углеводов в сухом веществе X_{1c}, %, вычисляют по формуле

$$X_{1c} = \frac{X_1 - 100}{100 - W}, \quad (6)$$

где W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Представление результатов анализа и контроль точности — по разделу 7.

7 Контроль точности анализов

Внутренний оперативный контроль (ВОК) точности анализов включает контроль сходимости, воспроизводимости и точности результатов анализов.

При превышении нормативов ВОК точности проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов анализы приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.1 Сходимость параллельных определений контролируют для каждой анализируемой пробы. Абсолютное расхождение между результатами параллельных определений d, %, не должно превышать в 95 % случаев значение, которое вычисляют по формуле

$$d = 0{,}1 + 0{,}08\overline{X}, \quad (7)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое двух параллельных определений, %.

Значение абсолютной погрешности результата анализа Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}50 + 0{,}1\overline{X}. \quad (8)$$

Результат анализа представляют в виде: $(\overline{X} \pm \Delta)$ % при $P = 0{,}95$.

7.2 Для контроля воспроизводимости используют рабочие пробы.

Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, получая два результата анализа в разных лабораториях или в одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, то есть используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов или анализы выполняют в разные дни или два различных аналитика.

Абсолютное расхождение между двумя результатами, полученными в разных условиях D, %, не должно превышать в 95 % случаев значение, которое вычисляют по формуле

$$D = 0{,}7 + 0{,}13\overline{X}, \quad (9)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое двух определений, выполненных в разных условиях, %.

Периодичность проведений ВОК воспроизводимости — не реже одного раза в месяц.

7.3 Для проведения ВОК точности используют отраслевые стандартные образцы (ОСО). Наименования ОСО, аттестованные значения массовой доли водорастворимых углеводов и погрешность аттестации приводятся в таблице 3.

Таблица 3

Наименование отраслевого стандартного образца	Аттестованное значение массовой доли водорастворимых углеводов, $X_{ат}$, %	Погрешность аттестации, %
ОСО 1088—98 Сено бобово-злаковое	13,59	0,48
ОСО 1089—98 Мука пшеничная	8,11	0,20
ОСО 1090—98 Зерно овса	3,47	0,14

Точность контрольных анализов признают удовлетворительной, если $|\overline{X} - X_{ат}| < 0,5 + 0,1X_{ат}$, где $\overline{X}$ и $X_{ат}$ — результат анализа ОСО и аттестованное значение массовой доли водорастворимых углеводов, %.

Контроль точности анализов проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, аппаратуры, после длительного перерыва в работе.

7.4 Результаты ВОК заносят в специальный журнал контроля.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 25-1819.0021—90 Секундомеры механические «Слава»
[2] ТУ 6-09-5303 Фенол. Технические условия
[3] ТУ 6-09-4140 Свинец уксуснокислый основной. Технические условия
[4] ТУ 6-09-2639 2,4-динитрофенол. Технические условия
[5] ТУ 6-09-2540 Стандарт-титры. Калий марганцовокислый 0,1 н.
[6] ТУ 6-09-5359 Аммоний железа (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные). Технические условия

УДК 636.086.001.4:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9809

Ключевые слова: корма, комбикорма, водорастворимые углеводы, массовая доля, 2,4-динитрофенол, фотометрический метод, перманганатный метод, контроль точности анализов

Редактор *Т.С. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 14.09.2000. Подписано в печать 01.11.2000. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,17. Тираж 245 экз. С 6128. Зак. 969.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru