ГОСТ Р 51422—99
(ИСО 6654—91)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения массовой доли мочевины

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Творческим коллективом с участием представителей Технического комитета по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 577-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6654—91 «Корма для животных. Определение содержания мочевины», за исключением разделов 2, 7

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения массовой доли мочевины

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials.
Method for determination of urea fraction of total mass

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает спектрометрический метод определения массовой доли мочевины.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0—80* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:
массовая доля мочевины: Массовая доля вещества, определенная в соответствии с настоящим стандартом и выраженная в процентах.

4 Сущность метода

Приготовление суспензии из навески испытуемой пробы и воды в присутствии обесцвечивающего средства. Перемешивание суспензии с последующим фильтрованием. Добавление к фильтрату 4-диметил-амино-бензальдегида (4-ДМАБ) и измерение поглощающей способности полученного раствора на спектрофотометре при длине волны 420 нм.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а. Используемая вода должна быть дистиллированной.

5.1 Уголь активированный, не адсорбирующий мочевину.

5.2 Раствор 4-диметил-амино-бензальдегида (4-ДМАБ).

1,6 г 4-ДМАБ растворяют в 100 $см^3$ 96 %-ного (по объему) этилового спирта, добавляют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 $г/см^3$) и перемешивают.

Этот раствор хранят не более двух недель.

5.3 Раствор «Carrez I»

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ растворяют в воде 24 г 2-водного уксуснокислого цинка

* Действует до введения в действие ГОСТ Р , разработанного на основе ИСО 6497 [1].

[$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] и 3 г ледяной уксусной кислоты. Доводят раствор водой до метки и перемешивают.

5.4 Раствор «Carrez II»

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ растворяют в воде 10,6 г 3-водного железистосинеродистого калия {$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$}. Доводят раствор водой до метки и перемешивают.

5.5 Стандартный раствор мочевины массовой концентрации 1 $г/дм^3$.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование:

вибратор ротационный с частотой вращения 30 — 40 об/мин;

спектрометр, предназначенный для измерения поглощения на длине волны 420 нм, снабженный кюветами толщиной поглощающего слоя 10 мм;

пробирки с притертыми стеклянными пробками диаметром 16 мм и высотой 160 мм;

колбы мерные вместимостью 100 и 500 $см^3$;

баня водяная температурой 20 °С.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

8 Подготовка пробы для испытания

Подготовка пробы для испытания — по ГОСТ Р 51419.

9 Порядок проведения испытания

9.1 Навеска для проведения испытания

Приблизительно 2 г исследуемой пробы взвешивают с точностью 0,001 г.

При массовой доле мочевины более 3 % уменьшают пробу для испытания до 1 г или разбавляют испытуемый раствор (9.2) таким образом, чтобы массовая концентрация мочевины не превышала 50 мг в 500 $см^3$.

При низких содержаниях мочевины проба для испытания может быть увеличена при условии, что фильтрат остается прозрачным и бесцветным.

9.2 Приготовление испытуемого раствора

9.2.1 В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят навеску испытуемой пробы и добавляют 1 г активированного угля. Приливают 400 $см^3$ воды, 5 $см^3$ раствора «Carrez I» и 5 $см^3$ раствора «Carrez II». Перемешивают в течение 30 мин на ротационном вибраторе. Доводят содержимое колбы водой до метки, перемешивают и фильтруют через плотную, медленной фильтрации фильтровальную бумагу.

9.2.2 При получении окрашенного фильтрата приготовление испытуемого раствора повторяют по 9.2.1, но с бóльшим количеством активированного угля.

9.3 Проведение цветной реакции

5 $см^3$ прозрачного бесцветного фильтрата (9.2) переносят с помощью пипетки в пробирку и добавляют пипеткой 5 $см^3$ раствора 4-ДМАБ.

Перемешивают и выдерживают в течение 15 мин на водяной бане.

9.4 Проведение контрольного опыта

Параллельно с определением выполняют контрольный опыт, используя ту же методику и те же количества всех реактивов, но не добавляя пробу для испытания.

9.5 Построение градуировочного графика

9.5.1 В серию из пяти мерных колб вместимостью 100 $см^3$ добавляют пипеткой 1, 2, 4, 5 и 10 $см^3$ стандартного раствора мочевины. Содержимое каждой колбы доводят до метки водой. В 1 $см^3$ стандартных растворов содержится 10, 20, 40, 50 и 100 мкг мочевины соответственно.

9.5.2 5 $см^3$ каждого из стандартных растворов пипеткой переносят в серию из пяти пробирок (один раствор в одну пробирку). В каждую пробирку пипеткой добавляют по 5 $см^3$ раствора 4-ДМАБ и перемешивают. Растворы переносят в спектрометрические кюветы и измеряют их светопоглоще-

ние в спектрометре при длине волны 420 нм относительно холостого раствора, содержащего 5 $см^3$ 4-ДМАБ и 5 $см^3$ воды.

9.5.3 Строят градуировочный график, откладывая значения светопоглощения по оси ординат, и соответствующие концентрации мочевины в микрограммах на кубических сантиметр — по оси абсцисс.

9.6 Спектрометрическое измерение

Раствор, полученный по 9.3, переносят в спектрометрическую кювету и измеряют поглощение в спектрометре при длине волны 420 нм относительно контрольного опыта (9.4).

Примечание — Если испытуемый корм содержит простые азотистые соединения, такие как аминокислоты, измеряют поглощение при длине волны 435 нм.

9.7 Число определений

Выполняют два определения из двух навесок одной и той же пробы.

10 Обработка результатов

Массовую долю мочевины в испытуемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c}{m\,20}, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация мочевины в фильтрате испытуемого раствора,определенная по градуировочному графику,мкг/$см^3$;

m — масса навески,г.

11 Оформление результатов испытания

В отчете об испытании должны быть указаны:

используемый метод;

полученные результаты;

любые условия проведения испытаний, не установленные данным стандартом и касающиеся подробностей, которые могут повлиять на конечный результат.

В отчете должны быть все данные, необходимые для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9296

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, метод, мочевина, испытание

gost.e-ecolog.ru