ГОСТ Р 51418—99
(ИСО 5985—78)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте

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. № 573-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 5985—78 «Корма для животных. Определение золы, нерастворимой в соляной кислоте», за исключением 2, 6

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

к ГОСТ Р 51418—99 (ИСО 5985—78) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Последний абзац	в соляной кислоте, не превышает 1 %.	в соляной кислоте, превышает 1 %.

(ИУС № 10 2007 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials.
Methods for determination of ash fraction of total mass insoluble in hydrochloric acid

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает в зависимости от природы испытуемого продукта два метода определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте.

Метод А применим к простым органическим кормам для животных и комбикормам.

Метод Б применим для минеральных кормовых средств, минеральных смесей и комбикормов, в которых массовая доля золы, нерастворимой в соляной кислоте, не превышает 1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 13496.0—80* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 26226—95 (ИСО 5984—78) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы

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:

зола, нерастворимая в соляной кислоте: Часть золы, нерастворимая в растворе соляной кислоты описанными ниже способами, выраженная в процентном отношении к массе испытуемого образца.

4 Сущность метода

4.1 Метод А

4.1.1 Расщепление органических веществ пробы при прокаливании.

4.1.2 Обработка полученного остатка соляной кислотой с последующим фильтрованием, сушкой, прокаливанием и взвешиванием.

4.2 Метод Б

4.2.1 Обработка навески испытуемого образца соляной кислотой с последующим фильтрованием, сушкой и прокаливанием.

4.2.2 Обработка золы по 4.1.2.

---

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

Издание официальное

5 Реактивы

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

5.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 3$ моль/дм^3.

5.2 Раствор трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 г/дм^3.

5.3 Раствор трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм^3.

6 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование

6.1 Весы лабораторные второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6.2 Печь муфельная электрическая с регулируемой температурой нагрева, снабженная пирометром. Контроль за температурой должен обеспечить поддержание температуры внутри печи, где устанавливаются тигли для озоления, до 550 °С с погрешностью не более 20 °С.

6.3 Шкаф сушильный с регулируемой температурой (103±2) °С.

6.4 Плитка электрическая или горелка газовая.

6.5 Баня с кипящей водой.

6.6 Тигли для сжигания из платины или платиново-золотого сплава (например 10 % Pt, 90 % Au) или другого материала, не изменяющегося в процессе испытания, предпочтительно прямоугольные, площадью поверхности около 20 см^2 и высотой около 2,5 см.

Примечание — При озолении образцов, склонных к набуханию при обугливании, используют тигли площадью поверхности около 30 см^2 и высотой около 3 см.

6.7 Эксикатор, заправленный эффективным водопоглощающим веществом.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, подготовка пробы к испытанию — по ГОСТ Р 51419.

Хранить пробу следует таким образом, чтобы не допустить ухудшения и изменения ее состава.

8 Порядок проведения испытания

8.1 Метод А

8.1.1 Взятие навески испытуемой пробы

Около 5 г испытуемой пробы взвешивают с точностью 0,001 г в тигель для сжигания.

8.1.2 Проведение испытания

8.1.2.1 Тигель, содержащий навеску испытуемого образца, помещают на электрическую плитку или над газовой горелкой и постепенно нагревают до тех пор, пока навеска не обуглится. Тигель переносят в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры 550 °С, и оставляют его на 3 ч. После этого визуально проверяют наличие частиц угля в золе. Если в золе содержатся частицы угля, тигель снова помещают в муфельную печь еще на 1 ч. Если же после этого в золе все еще визуально обнаруживаются частички угля или имеются сомнения в их наличии, тигель с золой охлаждают, золу увлажняют дистиллированной водой и содержимое тигля осторожно выпаривают в сушильном шкафу досуха при температуре (103±2) °С. Тигель снова помещают в муфельную печь и прокаливают в течение еще 1 ч. Затем тигель охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

Примечание — Зола, полученная вышеописанным способом, соответствует золе, полученной методом, представленным ГОСТ 26226.

8.1.2.2 В химический стакан вместимостью 250 — 400 см^3 переносят золу с 75 см^3 раствора соляной кислоты. Осторожно нагревают на электроплитке или над газовой горелкой до кипения и кипятят в течение 15 мин. Горячий раствор фильтруют через беззольную фильтровальную бумагу, промывают фильтровальную бумагу и остаток на ней горячей дистиллированной водой до получения нейтральной реакции промывных вод. Затем фильтровальную бумагу с остатком переносят в тигель для озоления, предварительно нагретый в течение не менее 30 мин в муфельной печи при 550 °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью 0,001 г. После этого высушивают тигель и его содержимое в течение 2 ч в сушильном шкафу при температуре (103±2) °С, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 30 мин. Охлаждают тигель в эксикаторе до температуры окружающей среды и быстро взвешивают с точностью 0,001 г.

8.1.3 Число определений

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

8.2 Метод Б

8.2.1 Взятие навески

Около 5 г испытуемой пробы взвешивают с точностью 0,001 г в химическом стакане вместимостью 250 — 400 $см^3$.

8.2.2 Проведение испытания

8.2.2.1 В химический стакан с навеской добавляют последовательно 25 $см^3$ воды и 25 $см^3$ раствора соляной кислоты, перемешивают и дают отстояться до тех пор, пока не прекратится пенообразование. Затем добавляют 50 $см^3$ раствора соляной кислоты и снова дают отстояться (если в этом есть необходимость) до прекращения пенообразования. Химический стакан со смесью нагревают на водяной бане не менее 30 мин до тех пор, пока не произойдет полный гидролиз.

Горячий раствор фильтруют через беззольную фильтровальную бумагу (фильтр) и промывают фильтр с остатком 50 $см^3$ горячей воды.

Примечание — В случае, если раствор трудно фильтруется, определение повторяют с новой навеской, но вместо 50 $см^3$ раствора соляной кислоты добавляют 50 $см^3$ раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 $г/дм^3$, а фильтр с остатком промывают горячим раствором трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 10 $г/дм^3$ перед промыванием горячей водой.

Затем фильтровальную бумагу с остатком переносят в тигель для озоления и подсушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре (103±2) °С, после этого прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 3 ч. Остужают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

8.2.2.2 Далее процедуру повторяют по 8.1.2.2.

8.2.3 Число определений

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

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю золы, нерастворимой в соляной кислоте X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_0)\,100}{m_1}, \qquad (1)$$

где m_2 — масса тигля с золой, нерастворимой в соляной кислоте, г;

m_0 — масса пустого тигля, г;

m_1 — масса навески, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений при удовлетворении требований сходимости (см. 9.2). Результат выражают с точностью 0,1 %.

9.2 Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или сразу друг за другом одним и тем же аналитиком, не должны превышать:

0,3 (абсолютное значение) — при массовой доле золы, нерастворимой в соляной кислоте, менее 3 %;

10 % от среднего значения — при массовой доле золы, нерастворимой в соляной кислоте, от 3 до 5 %;

0,5 (абсолютное значение) — при массовой доле золы, нерастворимой в соляной кислоте, от 5 до 20 %;

2,5 % от среднего значения — при массовой доле золы, нерастворимой в соляной кислоте, от 20 до 40 %;

1 (абсолютное значение) — при массовой доле золы, нерастворимой в соляной кислоте, 40 % и более.

10 Оформление результатов испытаний

В отчете об испытании должны быть указаны:

- используемый метод (А или Б);
- 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; 9709; 9209

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, метод, определение, зола, нерастворимая в соляной кислоте

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб 3
ГОСТ 13496.1—98 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлорида натрия 7
ГОСТ 13496.2—91 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой клетчатки . . . 19
ГОСТ 13496.3—92 (ИСО 6496—83) Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги . . . 25
ГОСТ 13496.4—93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина 29
ГОСТ 13496.5—70 Комбикорм. Метод определения спорыньи 46
ГОСТ 13496.6—71 Комбикорм. Метод выделения микроскопических грибов 49
ГОСТ 13496.7—97 Зерно фуражное, продукты его переработки, комбикорма. Методы определения токсичности 53
ГОСТ 13496.8—72 Комбикорма. Методы определения крупности размола и содержания неразмолотых семян культурных и дикорастущих растений 67
ГОСТ 13496.9—96 Комбикорма. Методы определения металломагнитной примеси 69
ГОСТ 13496.10—74 Комбикорм. Метод определения содержания спор головневых грибов 77
ГОСТ 13496.12—98 Комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения общей кислотности 79
ГОСТ 13496.13—75 Комбикорма. Методы определения запаха, зараженности вредителями хлебных запасов 86
ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира 88
ГОСТ 13496.17—95 Корма. Методы определения каротина 99
ГОСТ 13496.18—85 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кислотного числа жира . . 107
ГОСТ 13496.19—93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов 113
ГОСТ 13496.20—87 Комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения остаточных количеств пестицидов 133
ГОСТ 13496.21—87 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения лизина и триптофана 139
ГОСТ 13496.22—90 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения цистина и метионина 150
ГОСТ Р 51417—99 (ИСО 5983—97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Къельдаля 154
ГОСТ Р 51418—99 (ИСО 5985—78) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли золы, нерастворимой в соляной кислоте 162

КОМБИКОРМА

Часть 4

Корма. Комбикорма. Комбикормовое сырье. Методы анализа

БЗ 6—2001

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. №02354 от 14.07.2001. Подписано в печать 04.03.2002. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 19,53. Уч.-изд. л. 16,70. Тираж 820 экз. Зак. 327. Изд. № 2865/2. С 4492.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru