МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИНННЫЕ ДОБАВКИ, КАРБАМИДНЫЙ КОНЦЕНТРАТ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБАМИДА

Издание официальное

БЗ 12—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

**к ГОСТ 29113—91 Комбикорма, белково-витаминные добавки, карбамидный концентрат. Методы определения массовой доли карбамида**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Пункт 2.2.7 | 500 г | 500 мг |

(ИУС № 9 2005 г.)

УДК 636.085.3.001.4:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИННЫЕ ДОБАВКИ, КАРБАМИДНЫЙ КОНЦЕНТРАТ

## Методы определения массовой доли карбамида

ГОСТ 29113—91

Mixed fodders, feeds protein and vitamin supplements, carbamide concentrate. Methods of determining carbamide mass portion

МКС 65.120
ОКСТУ 9296

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белково-витаминные добавки, содержащие карбамид, карбамидный концентрат и устанавливает методы определения массовой доли карбамида.

## 1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

## 2. УСКОРЕННЫЙ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБАМИДА

Сущность метода заключается в экстракции карбамида водой, образовании окрашенных растворов при взаимодействии с диметиламинобензальдегидом и последующем колориметрировании.

**2.1. Аппаратура, материалы, реактивы**

Фотоэлектроколориметр марки КФК-2, КФ0, ФЭК-56 или других марок со спектральным диапазоном работы от 315 до 980 нм.

Весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104*.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1 или других аналогичных марок.

Насос электровакуумный с разряжением 13 Па или насос Комовского.

Мельница лабораторная марок ЛЗМ, МРП-2 или других аналогичных марок.

Сито штампованное с отверстиями диаметром 1 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Воронки Бюхнера по ГОСТ 9147.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100; 500 $см^3$ исполнений 1, 2; 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Пипетки вместимостью 1; 5; 10; 20; 25 $см^3$ исполнений 1, 2, 4, 5, 6, 7; 1-го и 2-го классов точности по ГОСТ 29227.

Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные вместимостью 50; 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

---

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Цилиндры стеклянные вместимостью 50; 100; 500 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2-го класса точности.

Склянки с притертыми пробками.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага лакмусовая.

Ножницы.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450 или кальций хлористый обезвоженный прокаленный.

Калий железистосинеродистый 3-водный (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х. ч. или ч. д. а. раствор с массовой долей 10,6 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,19 $г/см^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. или ч. д. а. раствор с массовой долей 80 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а. раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Уголь активный древесный по ГОСТ 6217.

Цинк уксусный 2-водный по ГОСТ 5823.

Карбамид по ГОСТ 2081.

N-диметиламинобензальдегид.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

**2.2. Подготовка к испытанию**

2.2.1. Приготовление раствора карбамида концентрацией 1 $мг/см^3$

Навеску карбамида массой 0,1 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды, растворяют навеску и доводят объем в колбе водой до метки. Раствор готовят в день анализа.

2.2.2. Приготовление раствора уксуснокислого цинка с массовой долей 21,9 %

Навеску реактива массой 21,9 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и 3 $см^3$ уксусной кислоты, доводят объем в колбе водой до метки.

2.2.3. Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении 1:5

К пяти частям дистиллированной воды добавляют одну часть соляной кислоты, раствор тщательно перемешивают.

2.2.4. Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 %

Навеску реактива массой 20 г растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды в фарфоровой чашке, переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора в колбе водой до метки.

2.2.5. Приготовление раствора калия железистосинеродистого с массовой долей 10,6 %

Навеску реактива массой 10,6 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают.

2.2.6. Очистка *п*-диметиламинобензальдегида

Навеску реактива массой 5 г переносят в химический стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5. К раствору приливают по каплям раствор гидроокиси натрия до появления белого густого осадка. Затем содержимое стакана переносят в воронку Бюхнера с вложенным в нее бумажным фильтром, фильтруют под вакуумом и промывают водой до нейтральной реакции (pH проверяют лакмусовой бумагой). Осадок с фильтром высушивают и эксикаторе, заправленном хлористым кальцием, до постоянной массы. Высушенный реактив помещают в темную склянку с притертой пробкой и хранят в холодильнике.

2.2.7. Приготовление раствора *п*-диметиламинобензальдегида

500 г очищенного реактива помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, приливают 10 $см^3$ этилового спирта и 2,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем в колбе этиловым спиртом до метки и перемешивают. Раствор готовят в день анализа.

2.2.8. Приготовление исследуемой пробы для анализа

Пробу испытуемого продукта для анализа массой около 60 г отбирают методом квартования из тщательно перемешанной средней пробы и измельчают на лабораторной мельнице до получения полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. При невозможности получения полного прохода, в случае измельчения пленчатых культур, пленки, оставшиеся на сите, измельчают

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

ножницами или в ступке и прибавляют к просеянной части продукта. Пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют навеску массой 25 г.

2.2.9. Построение градуировочного графика

В 7 стеклянных пробирок отмеривают пипеткой соответственно порядковому номеру 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 $см^3$ раствора карбамида. В пробирки, в порядке установленной очередности, добавляют пипеткой 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3 $см^3$ дистиллированной воды. В результате концентрация карбамида в пробирках будет соответственно равна 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 $мг/см^3$. В каждую пробирку приливают по 1 $см^3$ раствора *п*-диметиламинобензальдегида и перемешивают. Через 2 мин измеряют оптическую плотность окрашенных в зеленоватый цвет растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром № 3 (длина волны 400 нм) в кюветах с рабочей гранью 20 мм. Раствором сравнения служит контрольная проба, приготовленная без карбамида (10 $см^3$ дистиллированной воды и 1 $см^3$ раствора *п*-диметиламинобензальдегида).

На основании известных концентраций карбамида и соответствующих им полученных значений оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения концентрации карбамида в растворах ($мг/см^3$), по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Градуировочный график уточняют при работе с вновь приготовленными реактивами.

**2.3. Проведение испытания**

Навеску измельченного продукта массой 25 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 300 $см^3$ дистиллированной воды и встряхивают на качалке в течение 5 мин (вручную 4 мин). Затем доводят в колбе объем водой до метки и перемешивают. Получают первоначальный объем разведенного продукта. Через 5 мин экстракт продукта (над осадком) в количестве: 20 $см^3$ — при анализе комбикормов, 5 $см^3$ — при анализе БВД или 2,5 $см^3$ — при анализе карбамидного концентрата, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Экстракт разводят, добавляя по 0,5 $см^3$ растворов железистосинеродистого калия и уксуснокислого цинка. Доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки и перемешивают. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный складчатый фильтр, на который предварительно помещают 1 г измельченного в ступке активного угля. Первые порции фильтрата отбрасывают. Затем к 10 $см^3$ фильтрата прибавляют 1 $см^3$ раствора *п*-диметиламинобензальдегида, перемешивают и через 2 мин колориметрируют, как указано в п. 2.2.9. Испытание проводят в двух параллельных определениях.

**2.4. Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю карбамида ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000},$$

где $c$ — концентрация карбамида, найденная по графику, $мг/см^3$;

$V$ — первоначальный объем разведенного продукта, $см^3$;

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

100 — коэффициент перевода массовой доли карбамида в проценты;

$m$ — масса навески, г;

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

1000 — коэффициент перевода миллиграммов в граммы.

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

а) в комбикорме

$X$ (%) = $c \cdot 5$ или $X$ (г/кг) = $c \cdot 50$;

б) в БВД

$X$ (%) = $c \cdot 20$ или $X$ (г/кг) = $c \cdot 200$;

в) в карбамидном концентрате

$X$ (%) = $c \cdot 40$ или $X$ (г/кг) = $c \cdot 400$.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, которые вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ($d_{абс.}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс.}$) при доверительной вероятности $P = 0,95$ для

БВД и карбамидного концентрата не должны превышать соответственно 0,4 абс. % и 0,8 абс. %, а для комбикормов — 0,1 и 0,2 абс. %.

## 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБАМИДА УРЕАЗНЫМ МЕТОДОМ

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

### 3.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1 или других аналогичных марок.

Мельница лабораторная марок ЛЗМ, МРП-2 или других аналогичных марок.

Сито штампованное с отверстиями диаметром 1 мм.

Бюретки мерные вместимостью 2; 5; 10 $см^3$ исполнений 1, 2, 3, 6; 1-го и 2-го классов точности по ГОСТ 29251.

Колбы мерные вместимостью 50; 500; 1000 $см^3$ исполнений 1, 2; 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 50 или 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 10 $см^3$ исполнений 1, 2, 4, 5, 6, 7; 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Цилиндр вместимостью 50 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стекла предметные.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962**.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,19 $г/см^3$.

Соя по ГОСТ 17109.

Метиловый красный, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Метиленовый голубой, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

### 3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Подготовка испытуемой пробы для анализа — по п. 2.2.8.

3.2.2. Приготовление растворов соляной кислоты концентрации $c$ (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$ и $c$ (HCl) = 0,5 $моль/дм^3$

Используют стандарт-титр соляной кислоты в соответствии с правилами, приложенными к комплекту, или отмеряют 8,2 и 41 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ для приготовления растворов концентрации $c$ (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$ и $c$(HCl) = 0,5 $моль/дм^3$ соответственно. Кислоту переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют дистиллированную воду и доводят объем в колбе водой до метки, перемешивая. Работу проводят в вытяжном шкафу.

3.2.3. Приготовление индикатора

Смешивают равные количества спиртового раствора метилового красного и спиртового раствора метиленового голубого.

3.2.4. Приготовление семян сои для анализа

Для анализа выделяется навеска семян сои массой около 100 г. Семена сои должны быть тщательно очищены от сорной и масличной примесей по ГОСТ 10854. Из очищенной навески методом квартования выделяют навеску массой 25 г, измельчают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Остаток на сите вновь измельчают 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 такого же размера так, чтобы слой продукта получился не толще 3—4 мм. Удалив верхнее стекло, отбирают не менее чем из десяти разных мест слоя навеску массой 1 г.

### 3.3. Проведение испытания

Пробу продукта подготавливают для испытания как указано в п. 2.2.8. Навеску измельченного продукта массой 25 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 300 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают пробкой и колбу с содержимым помещают на качалку, встряхивают в течение 5 мин (вручную — 4 мин). Затем доводят объем в колбе водой до метки,

перемешивают. В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят 1 г свежеизмельченных семян сои. Сюда же приливают 10 см$^3$ экстракта карбамидного концентрата, БВД или 20 см$^3$ экстракта комбикорма, отобранного осторожно из надосадочной жидкости, смесь встряхивают, доводят объем водой до метки, закрывают пробкой. В течение 2 ч содержимое колбы выдерживают при комнатной температуре. Первые 1,5 ч водные растворы перемешивают через каждые 30 мин. Затем пипеткой отбирают 10 см$^3$ экстракта (над осадком), переносят в коническую колбу вместимостью 50—100 см$^3$, прибавляют 5 капель индикатора и титруют экстракт комбикорма и белково-витаминных добавок раствором соляной кислоты концентрации $c$ (HCl) = 0,1 моль/дм$^3$, а экстракт карбамидного концентрата раствором соляной кислоты концентрации $c$ (HCl) = 0,5 моль/дм$^3$ до перехода зеленой окраски раствора в розово-фиолетовую.

**3.4. Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю карбамида ($X$) в процентах вычисляют по формулам:

а) в комбикорме и БВД

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

б) в карбамидном концентрате

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

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

0,5 — объем раствора соляной кислоты концентрации $c$ (HCl) = 0,1 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование экстракта комбикорма или БВД без карбамида, см$^3$;

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

$V$ — первоначальный объем экстракта анализируемого продукта, см$^3$;

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

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

$V_3$ — объем экстракта анализируемого продукта, взятого для титрования, см$^3$;

100 — коэффициент пересчета массовой доли карбамида в процентах;

0,003 — массовая доля карбамида, соответствующая массовой доле соляной кислоты, содержащейся в 1 см$^3$ раствора концентрации (HCl) = 0,1 моль/дм$^3$, г;

0,015 — массовая доля карбамида, соответствующая массовой доле соляной кислоты, содержащейся в 1 см$^3$ раствора концентрации (HCl) = 0,5 моль/дм$^3$, г;

$m$ — масса навески продукта, г.

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

а) в комбикорме

$X$ (%) = $A$—0,5)·1,5 или $X$ (г/кг) = ($A$—0,5)·15;

б) в БВД

$X$ (%) = ($A$—0,5)·3 или $X$ (г/кг) = ($A$—0,5)·30;

в) в карбамидном концентрате

$X$ (%) = ($A$—0,1)·15 или $X$ (г/кг) = ($A$—0,1)·150.

3.4.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, которые вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ($d_{абс.}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P$ = 0,95 для БВД и карбамидного концентрата не должны превышать соответственно 0,5 абс. % и 1,0 абс. %, а для комбикормов — 0,2 и 0,4 абс. %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ВНПО «Комбикорм»**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 30.09.91 № 1576**

**3. ВВЕДЕН ВЗАМЕН ОСТ 8—22—81**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта |
|---|---|
| ГОСТ 61—75 | 2.1 |
| ГОСТ 450—77 | 2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 2081—92 | 2.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 4207—75 | 2.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 |
| ГОСТ 5823—78 | 2.1 |
| ГОСТ 5962—67 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 6217—74 | 2.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 2.1 |
| ГОСТ 10854—88 | 3.2.4 |
| ГОСТ 12026—76 | 2.1 |
| ГОСТ 13496.0—80 | 1 |
| ГОСТ 17109—88 | 3.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 29227—91 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 29251—91 | 3.1 |

**5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2004 г.**

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 27.04.2004. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,75.
Тираж 61 экз. С 2326. Зак. 149.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.

gost.e-ecolog.ru