ГОСТ 28458—90

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЙОДА

Издание официальное

БЗ 10—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.086.001.4:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения йода

ГОСТ 28458—90

Vegetable feeds.
Method for determination of iodine

МКС 65.120
ОКСТУ 9709

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения и устанавливает кинетический роданидно-нитритный метод определения массовой доли йода.

Метод основан на реакции окисления роданид-иона смесью нитрит- и нитрат-ионов, катализируемой йодид-ионами.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 1721, ГОСТ 1722, ГОСТ 7194, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Для проведения испытания применяют:

измельчитель проб растений ИПР-2;

соломорезку ИСР-1;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5 °С;

мельницу лабораторную МРП-2;

сито с круглыми отверстиями диаметром 1 мм, изготовленное из стали или алюминия;

ступку фарфоровую с пестиком;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*;

печь муфельную, обеспечивающую поддержание температуры 480 °С с погрешностью не более 20 °С;

щипцы муфельные для тиглей;

ультратермостат или баню водяную с автоматической регулировкой температуры с точностью до 0,1 °С;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий работать в интервале длин волн 410—440 нм;

центрифугу;

секундомер;

стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250 $см^3$ с плотно закрывающимися пробками или крышками;

эксикатор по ГОСТ 25336;

тигли фарфоровые с крышками по ГОСТ 9147;

палочки стеклянные оплавленные;

воронки стеклянные диаметром 35 мм по ГОСТ 25336;

пробирки градуированные со шлифом вместимостью 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 25336;

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2006

штатив для пробирок;

пипетки 2-го класса точности вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$, бюретки с краном 2-го класса точности вместимостью 10 $см^3$ или дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 %, выполненные из материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов;

колбы мерные с пришлифованными пробками 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

калий углекислый по ГОСТ 4221, х.ч., раствор с массовой долей 3 %;

калий роданистый по ГОСТ 4139, х.ч.;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.;

натрий азотистокислый (натрия нитрит) по ГОСТ 4197, х.ч.;

аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные), ч.д.а.;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч., раствор концентрации c (HNO_3) = 2 моль/$дм^3$ (2 н.);

воду бидистиллированную.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерения, имеющие аналогичные метрологические характеристики.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб к испытанию

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре не выше 60 °С до воздушно-сухого состояния. После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают. Подготовленную для испытания пробу хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом темном месте.

3.2. Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

100,0 г железоаммонийных квасцов растворяют в растворе азотной кислоты концентрации c (HNO_3) = 2 моль/$дм^3$ (2 н.), доводя объем раствора до 1 $дм^3$.

3.3. Приготовление раствора роданистого калия

0,6 г роданистого калия растворяют в бидистиллированной воде, доводя объем до 1 $дм^3$ в мерной колбе. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.4. Приготовление раствора нитрита натрия

2,0 г нитрита натрия растворяют в бидистиллированной воде, доводя объем до 100 $см^3$ в мерной колбе. Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

3.5. Приготовление смешанного раствора роданистого калия и нитрита натрия

В день испытания смешивают растворы роданистого калия и нитрита натрия в соотношении 2:5.

3.6. Приготовление раствора йода массовой концентрации 1 мг/$см^3$ (раствор А)

1,308 г йодистого калия растворяют в бидистиллированной воде, доводя объем до 1 $дм^3$ в мерной колбе, перемешивают и хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой не более 1 года.

3.7. Приготовление раствора йода массовой концентрации 100 мкг/$см^3$ (раствор Б)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой помещают 10 $см^3$ раствора А, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

3.8. Приготовление раствора йода массовой концентрации 10 мкг/$см^3$ (раствор В)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой помещают 10 $см^3$ раствора Б, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят не более 3 сут.

3.9. Приготовление раствора йода массовой концентрации 0,1 мкг/$см^3$ (раствор Г)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой помещают 1 $см^3$ раствора В, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят в день проведения испытания.

3.10. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ из бюретки вместимостью 10 $см^3$ наливают указанные в таблице объемы раствора Г, приливают по 6 $см^3$ раствора углекислого калия с массовой долей 3 %, доводят до меток бидистиллированной водой и перемешивают. Растворы сравнения готовят в день проведения испытания.

Номер раствора сравнения	Объем раствора Г, $см^3$	Массовая концентрация йода в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Массовая концентрация йода в растворе сравнения в пересчете на массовую долю в растительном материале, $млн^{-1}$ (мг/кг)
1	1	0,002	0,1
2	2	0,004	0,2
3	4	0,008	0,4
4	6	0,012	0,6
5	8	0,016	0,8

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Озоление растительного материала

В тигле, предварительно прокаленном при температуре 600 °С в течение 1 ч, взвешивают навеску испытуемой пробы массой 5 г с погрешностью не более 0,002 г, приготовленной по п. 3.1. Навеску пробы смачивают 3 $см^3$ раствора углекислого калия с массовой долей 3 %, закрывают тигель крышкой и оставляют до следующего дня. На следующий день тигель помещают в сушильный шкаф и высушивают пробу при температуре 120 °С. Затем тигель помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 250—300 °С. После прекращения выделения дыма температуру печи поднимают до (480±20) °С и прокаливают в течение 1 ч. Из печи тигель переносят в эксикатор, закрывают крышкой и охлаждают. Остаток в тигле смачивают 1 $см^3$ бидистиллированной воды, растирают стеклянной палочкой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 120 °С. Тигель с сухим остатком прокаливают в печи при температуре (480 ±20) °С в течение 15 мин. Эту операцию повторяют 2—3 раза, пока зола не приобретет светло-серый цвет. Затем в тигель приливают бидистиллированную воду, растирают золу палочкой и раствор с осадком количественно переносят, не фильтруя, в пробирку вместимостью 25 $см^3$. Содержимое пробирки доливают бидистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают осадку отстояться. Пробу для анализа берут, не взмучивая осадка.

Допускается отделение раствора золы от нерастворившегося остатка центрифугированием при 2500—3000 $мин^{-1}$ в течение 20 мин.

Одновременно ставят в трех повторениях контрольный опыт, проводят его через все стадии анализа, исключая взятие навески испытуемой пробы.

4.2. Определение йода в растворе золы

Из растворов золы и растворов сравнения пипеткой или дозатором берут пробы по 5 $см^3$ и помещают в пробирки вместимостью 10 $см^3$. Из бюретки приливают по 1,4 $см^3$ смешанного раствора роданида калия и нитрита натрия и тщательно перемешивают. Затем в первую пробирку приливают 1,6 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, быстро перемешивают содержимое, включают секундомер и помещают пробирку в ультратермостат или водяную баню, нагретые до 30 °С. В последующие пробирки раствор железоаммонийных квасцов приливают с интервалом в 1 мин и помещают в ультратермостат или водяную баню. Растворы выдерживают при температуре 30 °С в течение 25 мин и затем фотометрируют в той же последовательности, с какой приливали раствор железоаммонийных квасцов, соблюдая интервал в 1 мин. Перед фотометрированием содержимое каждой пробирки перемешивают. Фотометрируют растворы в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно бидистиллированной воды при длине волны 430 нм или используют светофильтр с максимумом пропускания в области 410—450 нм. Одновременно проводят контрольный опыт.

Если значение оптической плотности анализируемого раствора превышает значение оптической плотности пятого раствора сравнения, то раствор золы разбавляют бидистиллированной водой, содержащей углекислый калий (к 88 $см^3$ бидистиллированной воды добавляют 12 $см^3$ раствора

углекислого калия с массовой долей 3 %), и повторяют описанные выше операции в том же порядке. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт.

Допускается проведение испытания при комнатной температуре без использования термостатирующих устройств, если колебания температуры не превышают ±1 °С. При этом время реакции увеличивают до 40 мин.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массовых концентраций йода в растворах сравнения в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн$^{-1}$ (мг/кг), указанные в таблице, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. По градуировочному графику находят значения массовых концентраций йода в анализируемых растворах в пересчете на массовые доли в растительном материале в млн$^{-1}$.

5.2. Массовую долю йода в воздушно-сухом растительном материале (X) в млн$^{-1}$ вычисляют по формуле

$$X = K(C - \overline{C}_1),$$

где K — коэффициент, учитывающий разбавление анализируемого раствора; при анализе неразбавленных растворов K=1, разбавленных в 2 раза — K=2 и т.д.;

C — массовая концентрация йода в растворе золы в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн$^{-1}$;

$\overline{C}_1$ — среднее арифметическое значение массовых концентраций йода, полученное в контрольном опыте, в пересчете на массовую долю в растительном материале, млн$^{-1}$.

Значение результата контрольного опыта не должно превышать $^1/_3$ массовой доли йода в растительном материале.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускается проведение испытания без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов и достаточной точности контрольных анализов при проведении внешнего и внутрилабораторного контроля. В этом случае выборочный контроль сходимости параллельных определений проводят в соответствии с утвержденными нормативно-техническими документами по внутрилабораторному контролю.

5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 36 % при массовой доле йода свыше 0,06 до 0,20 млн$^{-1}$, 20 % — при массовой доле йода свыше 0,20 млн$^{-1}$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением «СОЮЗСЕЛЬХОЗХИМИЯ»**

РАЗРАБОТЧИКИ

С.Г. Самохвалов, канд. сельхоз. наук (руководитель темы); **А.А. Титова,** канд. биол. наук; **М.В. Тюхова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.03.90 № 351**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1721—85	1
ГОСТ 1722—85	1
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4139—75	2
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4221—76	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 7194—81	1
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 13979.0—86	1
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27262—87	1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2006 г.**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 22.03.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 45 экз. Зак. 103. С 2623.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru