МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЕМИКСЫ

Методы определения марганца

Premixes. Methods for determination of manganese

ГОСТ 26573.2—85

ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1985 г. № 1983 срок введения установлен

с 01.07.86

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 06.06.91 № 816

Настоящий стандарт распространяется на премиксы и устанавливает основной и ускоренный методы определения марганца.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0—80.

2. ОСНОВНОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Сущность метода заключается в разложении органических веществ премикса озолением, окислении марганца надсернокислым аммонием в растворе золы и колориметрическом измерении оптической плотности полученного раствора.

В случае возникновения разногласий при определении марганца основной метод является определяющим.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

2.1.1. Для проведения испытаний применяют:

весы лабораторные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр марок КФК-2, КФО, ФЭК-56 или аналогичных марок со спектральным диапазоном работы от 315 до 980 нм;

печь муфельную;

колбонагреватель;

электроплитку;

щипцы тигельные;

тигли фарфоровые диаметром 5—6 см высотой 4—5 см по ГОСТ 9147—80;

колбы мерные исполнений 1, 2 вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

колбы Кьельдаля вместимостью 250 $см^3$;

стаканы лабораторные стеклянные вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнений 1, 2, 4, 5, 6 вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29227—91;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание.

gost.e-ecolog.ru

бумагу фильтровальную;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77 концентрированную и раствор с объемной долей 5 %;
кислоту хлорную;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;
кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;
аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %;
водорода перекись по ГОСТ 10929—76;
калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75;
воду дистиллированную.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерения, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

2.2. Подготовка к испытанию

Испытания премиксов проводят в вытяжном шкафу.

Из пробы, предназначенной для испытания, предварительно извлекают металломагнитную примесь по ГОСТ 13496.9—96.

2.2.1. *Приготовление раствора золы*

Раствор готовят из золы, полученной способами сухого или мокрого озоления премикса.

2.2.1.1. *Приготовление раствора золы, полученной способом сухого озоления премикса*

Навеску премикса массой 2—5 г помещают в тигле в муфельную печь, которую включают на слабый нагрев. Дверца муфельной печи должна быть приоткрыта для большего доступа воздуха. Продолжительность сжигания премикса 25—30 мин.

После того, как прекратится выделение дыма, нагрев муфельной печи увеличивают до 400—500 °С (темно-красное каление) и оставляют тигли еще на 30 мин. Затем тигли вынимают из муфельной печи и охлаждают при комнатной температуре.

После охлаждения содержимое в тиглях увлажняют 10—15 каплями концентрированной азотной кислоты или пергидроля. Тигли ставят на плитку с асбестовой сеткой для выпаривания окислителя. После удаления окислителя тигли переносят в муфельную печь и продолжают озоление в течение 30—60 мин.

Если сжигание произошло не полностью (присутствие черных частиц угля), обработку окислителями, выпаривание и прокаливание в муфельной печи повторяют несколько раз до полного сгорания. Полученную золу растворяют, для чего в тигель с золой приливают 10—20 $см^3$ соляной кислоты, разведенной водой в соотношении 1:5, и нагревают на электроплитке до полного растворения. Раствор золы переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Тигель несколько раз промывают водой, содержимое переносят в ту же колбу. Объем раствора доводят водой до метки.

Приготовленный раствор золы используют для определения микроэлементов, в том числе марганца.

2.2.1.2. *Приготовление раствора золы, полученной способом мокрого озоления премикса*

Навеску премикса массой 2—5 г помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 250 $см^3$, заливают азотной, серной и хлорной кислотой поочередно в соотношении 10:5:1 так, чтобы озоляемая навеска была полностью смочена кислотами, ставят на электроплитку и нагревают до полного обесцвечивания, периодически добавляя азотную кислоту или перекись водорода, затем охлаждают при комнатной температуре.

Содержимое колбы разбавляют 20 $см^3$ дистиллированной воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Раствор золы в колбе доводят дистиллированной водой до метки.

2.2.2. *Приготовление основного раствора марганца*

0,288 г марганцовокислого калия растворяют в 1 $дм^3$ раствора серной кислоты с объемной долей 5 %. 1 $см^3$ основного раствора содержит 0,1 мг марганца. Полученный раствор обесцвечивают несколькими каплями перекиси водорода или щавелевой кислоты.

2.2.3. *Построение градуировочного графика*

2.2.3.1. Готовят рабочие растворы, содержащие 0,05, 0,1, 0,3, 0,5, 0,6 и 0,7 мг марганца. Для этого 0,5, 1,0, 3,0, 5,0, 6,0, 7,0 $см^3$ основного раствора помещают в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, добавляют в каждую колбу по 20 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают.

2.2.3.2. В каждую колбу вносят 1 см^3 ортофосфорной кислоты, 2 см^3 раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 %, 2 г аммония надсернокислого (персульфата аммония), перемешивают и нагревают до кипения. При появлении первого пузырька добавляют еще персульфата аммония на кончике скальпеля. После кипячения растворы охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки раствором серной кислоты с объемной долей 5 %, перемешивают и колориметрируют с зеленым светофильтром при длине волны 535 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм (относительно дистиллированной воды).

2.2.3.3. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в рабочих растворах массы марганца в миллиграммах, на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. В зависимости от содержания марганца в премиксе берут от 1 до 10 см^3 раствора золы, полученного по п. 2.2.1.1 или п. 2.2.1.2. Раствор должен быть без мути, взвесей и осадка. При их наличии раствор фильтруют.

Раствор золы помещают в тигель или стеклянный стакан вместимостью 100 см^3 и выпаривают досуха на песочной бане или электроплитке с асбестовой сеткой. Сухой остаток и стенки тигля (стакана) смачивают каплями азотной, а затем концентрированной серной кислоты, избыток кислот выпаривают. Обработку повторяют два раза.

Содержимое тигля (стакана) растворяют в 20 см^3 горячей воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Дальнейшее испытание проводят по п. 2.2.3.2.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массу марганца (X) в килограммах на 1 т премикса вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1} - П,$$

где m — масса марганца, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора золы, см^3;

V_1 — объем раствора золы, взятый для испытания, см^3;

m_1 — масса навески премикса, г;

$П$ — поправка на содержание марганца в кормовых дрожжах, обогащенных витамином $Д_2$ и наполнителем*.

2.4.2. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно средней арифметической величины.

2.4.3. Величину поправки $П$ вычисляют по формуле

$$П = m_н + m_д,$$

где $m_н$ — масса марганца в килограммах на 1 т наполнителя;

$m_д$ — масса марганца в килограммах на 1 т кормовых дрожжей, обогащенных витамином $Д_2$.

2.4.4. Массу марганца в наполнителе $m_н$ и дрожжах $m_д$ вычисляют по формуле

$$m_{н.д} = \frac{X_1 \cdot m_2}{1000},$$

где X_1 — масса марганца в килограммах на 1 т анализируемого продукта, определяемая по методу определения марганца и вычисляемая по п. 2.4.1 без учета поправки П;

m_2 — масса наполнителя или дрожжей, обогащенных витамином $Д_2$, в килограммах на 1 т анализируемого премикса данной рецептуры.

---

* Определяют на заводах-изготовителях.

3. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАРГАНЦА

Сущность метода заключается в извлечении марганца из премикса растворами серной и азотной кислот, окислении его персульфатом аммония и колориметрическом измерении оптической плотности полученного раствора.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

3.1.1. Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр марок КФК-2, КФО, ФЭК-56 или аналогичных марок со спектральным диапазоном работы от 315 до 980 нм;

центрифугу настольную с частотой вращения 6000—8000 об/мин;

аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде типа АВУ-1 или аналогичных марок;

колбы мерные исполнений 1 или 2, вместимостью 50, 250, 500, 1000 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

стаканы лабораторные стеклянные вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнений 1, 2, 4, 5 и 6 вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227—91;

бумагу фильтровальную;

аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1 %;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, раствор с объемной долей 15 %;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, растворы с объемной долей 5 и 15 %;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75;

воду дистиллированную.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерения, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

3.2. Подготовка к испытанию

Испытание премиксов проводят в вытяжном шкафу.

3.2.1. Приготовление основного раствора марганца по п. 2.2.2.

3.2.2. Построение градуировочного графика по п. 2.2.3.

3.2.3. *Приготовление вытяжки*

Навеску премикса массой 2 г помещают в колбу вместимостью 250 или 500 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ раствора серной кислоты с объемной долей 15 %, 100 $см^3$ раствора азотной кислоты с объемной долей 15 % и встряхивают в течение 15 мин, затем отстаивают в течение 15 мин. После отстаивания раствор (вытяжку) фильтруют.

При наличии в фильтрате взвесей, мути или осадка его центрифугируют.

Полученный фильтрат (центрифугат) используют для определения марганца.

3.3. Проведение испытания

В зависимости от содержания марганца в премиксе берут от 2 до 10 $см^3$ фильтрата (центрифугата), помещают в тигель или стеклянный стакан вместимостью 100 $см^3$ и выпаривают досуха на песочной бане или электроплитке с асбестовой сеткой.

Сухой остаток и стенки тигля смачивают каплями концентрированных азотной, а затем серной кислоты, избыток которых выпаривают. Обработку повторяют два раза.

Содержимое тигля (стакана) растворяют в 20 $см^3$ горячей воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Дальнейшее испытание проводят по п. 2.2.3.2.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Обработка результатов по п. 2.4.

gost.e-ecolog.ru