

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОРМА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАЧНОГО АЗОТА И АКТИВНОЙ КИСЛОТНОСТИ (pH)

ГОСТ 26180—84

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством сельского хозяйства СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. С. Шумилин, Д. И. Марнов, К. А. Карпова, А. Л. Еринов, З. М. Алиева, Н. И. Нагдалиева

ВНЕСЕН Министерством сельского хозяйства СССР

Зам. министра Н. Ф. Татарчук

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1984 г. № 1535

УДК 636.085.3:006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОРМА

Методы определения аммиачного азота и активной кислотности (pH)

Fodder. Determination of ammonia nitrogen content and actual acidity

ГОСТ 26180—84

Взамен ГОСТ 23638—79 в части п. 3.9

ОКСТУ 9709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1984 г. № 1535 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения и устанавливает методы определения аммиачного азота и активной кислотности (pH).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23637—79 и ГОСТ 23638—79.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАЧНОГО АЗОТА

Содержание аммиачного азота в кормах определяют способом отгонки аммиака или способом диффузии в чашках Конвея.

2.1. **Определение аммиачного азота способом отгонки**

Сущность метода заключается в перегонке аммиака из водного настоя силоса и сенажа или силосного сока в раствор борной кислоты при воздействии слабого основания с последующим титрованием поглощенного аммиака.

2.1.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.1.1. Для проведения испытания применяют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

установку для отжатия сока УОСС-1 или бытовую соковыжималку;

аппарат для встряхивания марки АВУ-6П или аналогичных марок;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1984

весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

аппарат для отгонки аммиака с водяным паром или установки для перегонки типа Къельдаля;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

колбы конические по ГОСТ 25336—82;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74;

стаканы лабораторные по ГОСТ 25336—82;

пипетки градуированные или микробюретки по ГОСТ 20292—74;

бумагу фильтровальную быстрой фильтрации марки ФНБ по ГОСТ 12026—76;

спирт этиловый по ГОСТ 5962—67;

кислоту борную по ГОСТ 9656—75, 2%-ный раствор;

магния окись по ГОСТ 4526—75;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 0,005 моль/дм^3 раствор;

метиленовый голубой;

метиловый красный по ГОСТ 5853—51;

воду дистиллированную.

2.1.2. Подготовка проб к испытанию

2.1.2.1. Среднюю пробу силоса или сенажа тщательно перемешивают и отбирают около 200 г корма, который измельчают ножницами на отрезки 1—2 см.

2.1.2.2. Для приготовления водного экстракта силоса или сенажа 25 г пробы корма, подготовленной по п. 2.1.2.1, помещают в цилиндр вместимостью 250 см^3, доливают дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают стеклянной палочкой и *оставляют для настаивания на ночь в прохладном месте.* Допускается вместо настаивания встряхивать корм с водой в течение 30 мин при частоте встряхивания около 300 колебаний в 1 мин. Встряхивание проводят в колбах, закрытых пробками. Колбы предварительно градуируют водой до метки 250 см^3. После настаивания или встряхивания экстракт фильтруют через бумажные фильтры в сухие колбы. Фильтрат хранят в холодильнике не более 2 сут.

2.1.2.3. Для приготовления силосного сока отжимают пробы силоса, влажность которых более 70%.

Из пробы силоса массой 200 г отжимают с помощью установки УОСС-1 или бытовой соковыжималки 20—30 см^3 сока. Соковыжималку промывают и подсушивают после обработки каждой пробы корма. Сок хранят в холодильнике не более 2 сут.

2.1.3. Приготовление растворов

2.1.3.1. *Приготовление смешанного индикатора*

Растворяют последовательно 0,2 г метилового красного и 0,1 г метиленового голубого в 100 см^3 96%-ного этилового спирта. Раствор хранят в темной склянке в холодном темном месте.

2.1.3.2. *Приготовление 2%-ного раствора борной кислоты*

20 г борной кислоты растворяют при подогревании в небольшом объеме дистиллированной воды и переносят в колбу вместимостью 1000 см³. После охлаждения доводят объем водой до 1000 см³.

2.1.3.3. *Приготовление 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты*

0,005 моль/дм³ раствор серной кислоты готовят разбавлением 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты, приготовленного из стандарт-титра или из концентрированной серной кислоты.

2.1.3.4. *Приготовление водной суспензии окиси магния*

5 г окиси магния растирают в ступке с небольшим объемом воды, переносят в мерный цилиндр и затем доводят до 100 см³ дистиллированной водой.

Реактив готовят в день проведения испытания. Суспензию перед ее использованием тщательно перемешивают.

2.1.4. Проведение испытания

20 см³ фильтрата водного экстракта или 5 см³ отжатого сока помещают в отгонную колбу Къельдаля, добавляют 20 см³ суспензии окиси магния и перегоняют с водным паром или кипячением фильтрата.

При перегонке должны соблюдать герметичность всех узлов установки. В качестве приемника применяют коническую колбу вместимостью 200—250 см³ с предварительно нанесенной меткой на 100 см³, в которую помещают 20 см³ раствора борной кислоты и 2 капли индикатора. Приемную колбу ставят под холодильник перегонной установки таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость. Отгонную колбу нагревают на плитке или газовой горелке до закипания содержимого колбы. Нагревание продолжают еще в течение 7—10 мин после закипания содержимого отгонной колбы. После сбора около 100 см³ конденсата, колбу приемника опускают таким образом, чтобы конец холодильника был выше уровня жидкости, ополаскивают конец холодильника водой и с помощью красной лакмусовой бумаги проверяют изменение окраски конденсата, стекающего из холодильника. При отсутствии изменения окраски перегонку заканчивают. Жидкость в приемной колбе титруют 0,005 моль/дм³ раствором серной кислоты до перехода зеленой окраски в фиолетовую.

Одновременно проводят контрольное определение аммиачного азота в воде и растворах применяемых реактивов.

2.1.5. Обработка результатов

2.1.5.1. Содержание аммиачного азота в корме (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00014 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 20},$$

где V — объем 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см³;

V_1 — объем 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,00014 — количество азота, г, эквивалентное 1 см³ 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты;

25 — масса пробы, взятой для подготовки водного экстракта, г;

20 — объем экстракта, взятый для отгонки, см³;

250 — исходный объем водного экстракта, см³.

2.1.5.2. Содержание аммиачного азота в соке (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1)\ 0{,}00014 \cdot 100}{5},$$

где V — объем 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см³;

V_1 — объем 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,00014 — количество азота, г, эквивалентное 1 см³ 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты,

5 — объем силосного сока, см³.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений в интервале содержания аммиачного азота от 0,002 до 0,01% не должны превышать 0,002%; в интервале от 0,011 до 0,06%—0,008%; в интервале от 0,061 до 0,15% — 0,013%.

2.2. **Определение аммиачного азота способом микродиффузии в чашках Конвея**

Сущность метода заключается в диффузии аммиака из водного настоя силоса и сенажа или силосного сока в титрованный раствор серной кислоты при воздействии углекислого калия с последующим титрованием поглощенного аммиака гидроокисью натрия.

2.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения испытания применяют следующие материалы и реактивы:

пипетки градуированные или микробюретки по ГОСТ 20292—74,

вазелин или масло касторовое;

калий углекислый по ГОСТ 4221—76 насыщенный раствор;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,01 моль/дм³ раствор;
метиловый красный по ГОСТ 5853—51;
спирт этиловый по ГОСТ 5962—67, 60%-ный.

2.2.2. Подготовка проб — по п. 2.1.2

2.2.3. Приготовление растворов

2.2.3.1. *Приготовление раствора индикатора метилового красного*

Растворяют 0,2 г индикатора в 100 см³ 60%-ного этилового спирта. Хранят раствор в склянке из темного стекла в холодном темном месте.

2.2.3.2. *Приготовление 0,01 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия*

0,01 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия готовят разбавлением 0,1 моль/дм³ раствора.

2.2.3.3. *Приготовление 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты по п. 2.1.3.3.*

2.2.4. Проведение испытания

Во внутреннюю камеру чашки Конвея пипеткой наливают точно 2 см³ 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты и 4 капли метилового красного.

Во внешнюю камеру вносят 2 см³ водной вытяжки силоса. Бортик чашки Конвея смазывают вазелином или касторовым маслом, чашку закрывают, оставляя небольшую щель для введения кончика пипетки во внешнюю камеру, вливают 1 см³ насыщенного раствора углекислого калия и быстро закрывают, притерев крышку чашки. Смешивают жидкости, вращая чашку на поверхности стола и оставляют на ночь при комнатной температуре. Одновременно ставят контрольное определение, где вместо пробы берут дистиллированную воду. Содержимое внутренней камеры титруют из микробюретки 0,01 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия до желтого цвета.

2.2.5. Обработка результатов

Содержание аммиачного азота в корме (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00014 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 2},$$

где V — объем 0,01 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

V_1 — объем 0,01 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование избытка серной кислоты в испытуемом растворе, см³;

0,00014 — количество азота, г, эквивалентное 1 см³ 0,005 моль/дм³ раствора серной кислоты;

25 — масса пробы, взятая для подготовки водного экстракта, г;

2 — объем водного экстракта, взятый для отгонки, $см^3$;

250 — исходный объем водного экстракта, $см^3$.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений в интервале содержания аммиачного азота от 0,002 до 0,01% не должны превышать 0,002%; в интервале от 0,011 до 0,06%—0,008%; в интервале от 0,061 до 0,15%—0,013%

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКТИВНОЙ КИСЛОТНОСТИ (pH)

Сущность метода заключается в потенциометрическом измерении активности водородных ионов в водном экстракте или соке силоса и сенажа.

3.1. **Аппаратура, реактивы**

3.1.1. Для проведения испытания применяют следующие аппаратуру и реактивы:

pH-метры — милливольтметры или иономеры;

стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов по ГОСТ 8.135—74.

3.2. **Проведение испытания**

В подготовленные по п. 2.1.2 водные экстракты силоса и сенажа или силосный сок помещают стеклянный электрод и солевой контакт электрода сравнения. После окончательного установления потенциала снимают показания со шкалы прибора. Показания прибора считывают с погрешностью до 0,05 ед pH.

Электроды при переносе из одной пробы в другую обмывают дистиллированной водой и сушат фильтровальной бумагой.

3.3. **Обработка результатов**

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,15 ед pH.

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 17.05.84 Подп. к печ. 26.07.84 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,44 уч.-изд. л.
Тир. 12000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 529