МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА

Метод определения лигнина

ГОСТ 26177—84

Fodder, mixed feeds.
Method for determination of lignin

ОКСТУ 9709, 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1984 г. № 1504 срок введения установлен

с 01.07.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения, комбикорма и устанавливает метод определения лигнина, применяемый при определении питательности рационов.

Метод основан на выделении лигнина из продукта путем кислотного гидролиза в виде нерастворимого остатка.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 4808—87, ГОСТ 13496.0—80, ГОСТ 13586.4—83, ГОСТ 13979.0—86, ГОСТ 23637—90, ГОСТ 23638—90.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:

измельчитель проб растений марки МПР-2 или соломорезку марки ИСР-1 или аналогичных марок;

мельницу лабораторную марки МРП-2 или аналогичных марок;

ступку фарфоровую;

ножницы;

сито с отверстиями диаметром 1 мм;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие весы того же класса точности;

шкаф сушильный электрический СШ-3М или аналогичных марок;

насос водоструйный или электровакуумный с разрежением 13 Па;

печь муфельную электрическую;

щипцы для тиглей муфельные;

тигли фарфоровые № 3—4 по ГОСТ 9147—80;

плитку электрическую;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

стаканчики (бюксы стеклянные) диаметром 3,5, высотой 5 см с крышками по ГОСТ 25336—82;

колбы Бунзена для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

стаканы химические термостойкие вместимостью 400 см^3 по ГОСТ 25336—82;
колбы мерные вместимостью 100, 1000 см^3 по ГОСТ 1770—74;
палочки стеклянные длиной 18—20 см;
колбы конические вместимостью 300, 500 см^3 по ГОСТ 1770—74;
цилиндры мерные вместимостью 10, 100, 1000 см^3 по ГОСТ 1770—74;
воронки стеклянные диаметром 7 см по ГОСТ 25336—82;
промывалку лабораторную стеклянную или полиэтиленовую;
трубки стеклянные диаметром 9—10 мм и длиной 500—600 мм;
воронку Бюхнера диаметром 8—10 см по ГОСТ 25336—82;
карандаш восковой;
бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76 марки ФНБ;
фильтры беззольные, красная лента, диаметром 11 см;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., 72 %-ный и 75 %-ный растворы;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, х. ч. или ч. д. а., концентрированную;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., 2 %-ный раствор;
кальций хлористый технический по ГОСТ 450—77 или кальций хлористый по ТУ 6-09-4711—81, предварительно прокаленный или аналогичной квалификации;
натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч. или ч. д. а., 0,05 %-ный раствор;
ацетон по ГОСТ 2603—79;
бумагу лакмусовую синюю или универсальную;
воду дистиллированную.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа, соломы или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Корнеплоды и клубнеплоды измельчают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Трудноизмельчимый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеенной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки или витаминной муки из древесной зелени размалывают без предварительного подсушивания и просеивают через сито.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с притертой пробкой (крышкой) в сухом месте и используют для проведения испытания.

3.2. Приготовление реактива Джайме — Кнолле

Смешивают 6 объемов 75 %-ного раствора серной кислоты и 1 объем концентрированной фосфорной кислоты.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску испытуемой пробы, взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, массой 0,5—1 г в зависимости от содержания лигнина помещают в коническую колбу вместимостью 300 см^3. В колбу приливают 100 см^3 2 %-ного раствора соляной кислоты и тщательно перемешивают. Колбу закрывают резиновой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой и содержимое кипятят на плитке в течение 2 ч, поддерживая равномерное слабое кипение раствора. По истечении указанного времени колбу снимают с плитки, дают содержимому немного остыть и фильтруют через воронку с бумажным фильтром, диаметром 10 см. Остаток на фильтре несколько раз промывают водой до исчезновения кислой реакции промывных вод (проба по лакмусу), а затем ацетоном до тех пор, пока фильтрат не станет бесцветным. Неокрашенный остаток промывают ацетоном три раза по 15 см^3. Промытый остаток гидролизуют 72 %-ным раствором серной кислоты или с помощью реактива Джайме — Кнолле.

4.2. Определение лигнина с использованием 72 %-ного раствора серной кислоты

Остаток с фильтра смывают небольшим количеством ацетона в ту же коническую колбу, в которой проводили гидролиз 2 %-ным раствором соляной кислоты. Ацетон испаряют на водяной бане при температуре 60—70 °С. В колбу с сухим остатком приливают 7 см^3 72 %-ного раствора серной кислоты. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой до образования однородной пасты и выдерживают при температуре 20—23 °С в течение 2,5 ч при периодическом перемешивании. Затем в колбу приливают 93 см^3 воды, закрывают ее резиновой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой, ставят на плитку и поддерживают равномерное кипение в течение 1 ч. Раствор фильтруют под вакуумом через беззольный фильтр, помещенный на воронку Бюхнера. Фильтр предварительно высушивают в течение 1 ч при 130 °С и взвешивают вместе с бюксой.

Остаток на фильтре тщательно отмывают от кислоты горячей водой, к которой для улучшения промывки добавляют 5 г хлористого натрия на 1000 см^3 воды. Качество отмывки контролируют по индикатору (лакмусу).

Фильтр с осадком переносят в бюксу, сушат при температуре 105 °С в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают вместе с бюксой. Затем фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель. Тигель необходимо предварительно прокалить в муфельной печи при температуре (525±25) °С до достижения постоянной массы. Тигель, с помещенным в него фильтром с осадком, озоляют в муфельной печи при температуре (525±25) °С до достижения постоянной массы. Тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.3. Определение лигнина по Джайме — Кнолле

Остаток с фильтром, полученный как указано в п. 4.1, переносят в стакан вместимостью 400 см^3 и приливают 15 см^3 реактива Джайме — Кнолле. Содержимое стакана перемешивают, чтобы фильтр с остатком весь пропитался реактивом. Затем стакан помещают в термостат при 40 °С и через 10 мин содержимое перемешивают до исчезновения кусочков фильтровальной бумаги, через 35 мин стакан вынимают и содержимое разбавляют дистиллированной водой до 200 см^3, затем кипятят на плитке в течение 30 мин. После кипячения осадку дают осесть в течение 10 мин.

Фильтрование раствора и дальнейший ход анализа проводят, как указано в п. 4.2.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю лигнина в испытуемой пробе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)}{m_1} \cdot 100,$$

где m_2 — масса бюксы с фильтром и лигнином, г;

m_3 — масса бюксы с фильтром, г;

m_4 — масса тигля с золой, г;

m_5 — масса тигля, г;

m_1 — масса навески, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при анализе с использованием для гидролиза 72 %-ной серной кислоты и 0,8 % при анализе с использованием реактива Джайме — Кнолле. Результаты определения вычисляют с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Массовую долю лигнина (X_1) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X}{100 - W} \cdot 100,$$

где X — массовая доля лигнина в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

gost.e-ecolog.ru