М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТИОНИН КОРМОВОЙ

Технические условия

ГОСТ 23423—89

Fodder methionine.
Specifications

ОКП 24 3181 0200

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт распространяется на кормовой метионин, получаемый синтетическим путем, предназначенный для применения в качестве добавки в премиксы, кормосмеси и комбикорма для сельскохозяйственных животных и птицы.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Кормовой метионин должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и изготовляться по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Характеристики

1.2.1. Кормовой метионин (смесь *D, L*-изомеров альфа-амино-гамма-метилтиомасляной кислоты) представляет собой кристаллический порошок со свойственным для данного продукта запахом, молекулярная масса — 149,21.

1.2.2. По физико-химическим показателям кормовой метионин должен соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
Массовая доля метионина, %, не менее	99
Массовая доля воды и летучих веществ, %, не более	0,3
Массовая доля золы, %, не более	0,5
Массовая доля остатка после просева на сите с отверстиями диаметром 1 мм, %, не более	0,5
Содержание цианистых соединений, мг в 1 кг, не более	2
Содержание мышьяка, мг в 1 кг, не более	2
Содержание фтора, мг в 1 кг, не более	100
Содержание свинца, мг в 1 кг, не более	5
Содержание кадмия, мг в 1 кг, не более	0,3
Содержание ртути, мг в 1 кг, не более	0,1

Примечание. Показатели содержания мышьяка, кадмия и ртути до 01.07.92 не являются браковочными.

gost.e-ecolog.ru

1.3. Требования безопасности

1.3.1. Кормовой метионин — легковоспламеняющееся горючее вещество. Температура самовоспламенения 315 °С.

Пыль кормового метионина взрывоопасна. Нижний предел концентрации для распространения пламени 45,4 г/м^3.

При загорании тушить водой.

Показатели пожароопасности проверяют по ГОСТ 12.1.044.

В условиях производства кормового метионина должны быть смонтированы пылегазоулавливающие установки. Для удаления осевшей пыли в помещениях ежедневно проводят влажную уборку.

1.3.2. Кормовой метионин умеренно опасное вещество, относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

Предельно допустимая концентрация в атмосферном воздухе населенных мест — 0,6 мг/м^3, а в рабочей зоне — 5 мг/м^3.

Помещения, где проводятся работы с кормовым метионином, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, а рабочие места иметь местные вентиляционные отсосы. Все применяемое оборудование, в том числе прошивочные машины, должно быть во взрывобезопасном исполнении.

1.3.3. При производстве и использовании кормового метионина, а также отборе проб и испытаниях необходимо соблюдать личную гигиену и применять индивидуальные средства защиты: спецодежду, спецобувь, респиратор, защитные очки или специальные полумаски из прозрачного материала, резиновые перчатки.

1.3.4. Сточные воды производства кормового метионина подвергают биологической очистке, а сульфатированные отходы — термическому обезвреживанию с последующим получением условно чистых вод и водного раствора сульфата натрия.

1.4. Упаковка

1.4.1. Кормовой метионин упаковывают в:

мешки бумажные четырех- и пятислойные по ГОСТ 2226 марок БМП, ВМП и ПМ;

допускается по согласованию с потребителем кормовой метионин упаковывать в мягкие специализированные контейнеры разового использования типов МКР-1,0 С; МКР-1,0 С-1,5; МКР-1,0 М-0,8; МКР-1,0 М-1,0 или другие аналогичные контейнеры, изготовленные по нормативно-технической документации;

картонные навивные барабаны типов I, II, III по ГОСТ 17065 вместимостью 36—100 дм^3 со вставленными внутрь полиэтиленовыми мешками-вкладышами или бумажными мешками по ГОСТ 2226;

фанерные барабаны по ГОСТ 9338 вместимостью 50, 66 и 93 дм^3 со вставленными внутрь полиэтиленовыми мешками-вкладышами или трехслойные бумажные мешки по ГОСТ 2226;

мешки бумажные четырех- и пятислойные для метионина и сульфата, изготовленные по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

Масса нетто одного мешка с метионином (20±0,2) кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4.2. Полиэтиленовые мешки-вкладыши должны быть завязаны. Бумажные мешки зашивают машинным способом с наложением креперной ленты.

1.4.3. Кормовой метионин, отгружаемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним районы, упаковывают по ГОСТ 15846 в фанерные барабаны по ГОСТ 9338.

1.4.4. Кормовой метионин, предназначенный для экспорта, упаковывают в соответствии с требованиями внешнеэкономической организации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. Маркировка

1.5.1. Маркировка должна содержать:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

массу нетто и брутто;

обозначение настоящего стандарта;

дату изготовления и номер партии;

знак опасности.

1.5.2. Маркировку наносят на тару или бумажную этикетку непачкающейся краской печатным или типографским способом по ГОСТ 14192, а знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 4, подкласс 4.1, классификационный шифр группы опасного груза 4133).

Допускается наносить на этикетку знаки опасности, уменьшив их до квадрата со стороной 50 мм.

Этикетку к таре пришивают или приклеивают.

При отгрузке метионина в мягких контейнерах этикетку прикрепляют внутри влагонепроницаемого пакета или вкладывают в карман контейнера.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРИЕМКА

2.1. Кормовой метионин принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по качеству продукта до 60 т, оформленное одним документом о качестве.

2.2. В документе о качестве должны быть указаны:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

количество мест в партии;

дата изготовления (месяц, год);

масса брутто и нетто;

результаты испытаний; по периодически проверяемым показателям (мышьяк, фтор, свинец, кадмий, ртуть) в интервале между датами проведения испытаний указывают: «соответствует требованиям стандарта»;

обозначение настоящего стандарта;

классификационный шифр группы опасного груза по ГОСТ 19433;

штамп технического контроля.

2.3. Для проверки соответствия качества кормового метионина требованиям настоящего стандарта на предприятии-изготовителе отбирают точечные пробы при выходе продукта из шлюза перед автоматической системой взвешивания путем пересечения падающей струи пробоотборником (автоматическим или механическим).

Допускается точечные пробы отбирать из заполненных на потоке мешков или мягких контейнеров, отобранных в начале, середине и конце формирования партии перед их зашиванием (завязыванием). Точечные пробы отбирают из 5 % упаковочных единиц (мешков) и 10 % мягких контейнеров, но не менее трех мешков или трех контейнеров.

При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторно испытания проб из удвоенной выборки той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Содержание мышьяка, свинца, кадмия, фтора и ртути определяют периодически, но не реже одного раза в квартал.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Определение запаха кормового метионина — органолептически.

3.2. Методы отбора проб

3.2.1. Пробы отбирают щупом, изготовленным из некорродирующего материала.

3.2.2. Из одной упаковочной единицы щупом, погруженным на всю глубину, отбирают две точечные пробы: одну в центре, другую у края.

Из мягкого контейнера отбирают три точечные пробы: одну в середине и две по краям.

Масса точечной пробы 30—60 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.3. Точечные пробы тщательно перемешивают и от объединенной пробы отбирают среднюю пробу массой не менее 500 г.

Среднюю пробу продукта помещают в стеклянную или полиэтиленовую банку с этикеткой.

На этикетке должны быть указаны:
предприятие-изготовитель и его товарный знак;
наименование продукта;
номер партии;
дата отбора проб;
фамилия пробоотборщика;
надпись «Огнеопасно!».

3.3. Определение массовой доли метионина

Сущность метода заключается в йодировании метионина с последующим титрованием избытка йода стандартным раствором тиосульфата натрия.

3.3.1. *Аппаратура, реактивы**

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104** 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба Кн-2—500—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 5 и 50 $см^3$.

Цилиндры 1—5; 1—50; 1—100 по ГОСТ 1770.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а., 5 моль/$дм^3$ раствор.

Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный по ГОСТ 2493, ч.д.а., раствор концентрации 1 моль/$дм^3$.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч.д.а., раствор концентрации 1 моль/$дм^3$.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.д.а., раствор с массовой долей 1 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а., раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Смесь буферная; готовится следующим образом: 400 $см^3$ раствора фосфорнокислого однозамещенного калия смешать с 600 $см^3$ раствора фосфорнокислого двузамещенного калия.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.2. *Проведение испытания*

0,3000 г кормового метионина помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в 60 $см^3$ воды, прибавляют 37,5 $см^3$ буферной смеси и 2,5 $см^3$ раствора йодистого калия.Раствор тщательно перемешивают, затем добавляют пипеткой 50 $см^3$ раствора йода, колбу закрывают, содержимое тщательно перемешивают и выдерживают в темном месте в течение 30 мин. Затем пробку обмывают водой и титруют избыток йода раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования 5 $см^3$ раствора крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт. Для этого титруют раствором серноватистокислого натрия смесь, состоящую из 60 $см^3$ воды, 37,5 $см^3$ буферной смеси, 2,5 $см^3$ раствора йодистого калия и 50 $см^3$ раствора йода.

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю метионина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}007461 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

0,007461 — масса метионина, соответствующая 1 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески кормового метионина, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

---

* Допускается при проведении испытаний во всех методах использовать импортные реактивы, аппаратуру и материалы, технические характеристики которых не ниже отечественных аналогов.

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

3.3.4. Массовую долю воды и летучих веществ определяют по ГОСТ 21119.1 высушиванием в термостате навески кормового метионина массой около 5 г.

Допускается определять содержание воды и летучих веществ высушиванием кормового метионина инфракрасной лампой. Расстояние лампы от высушиваемого продукта должно составлять 20—25 см.

3.3.5. Массовую долю золы определяют по ГОСТ 21119.10 прокаливанием навески кормового метионина массой около 3 г, предварительно смоченной раствором серной кислоты с массовой долей 20 % для равномерного обугливания.

Допускается проведение озоления на электроплитке с закрытым обогревом до удаления избытка серной кислоты (прекращение выделения белого дыма и вспенивания содержимого тигля). Затем навеску прокаливают в муфельной печи при 800—850 °С до постоянной массы.

3.4. Определение содержания цианистых соединений

Сущность метода заключается в превращении циан-ионов в бромциан, который образует с пиридинсульфаниловым реактивом глутаконовый альдегид, определяемый фотометрическим методом.

3.4.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Фотоэлектроколориметр.

Прибор для отгонки цианионов (см. чертеж).

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Пробирка П-2—10—01 ХС по ГОСТ 1770.

Цилиндр 2—25 по ГОСТ 1770.

Бром по ГОСТ 4109.

Вода бромная; готовится следующим образом: воду в колбе насыщают бромом до появления капли брома на дне колбы, не растворяющейся при перемешивании.

Бумага индикаторная универсальная.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, ч.д.а., раствор с массовой долей 0,5 %.

Гидразин солянокислый, раствор с массовой долей 0,5 %.

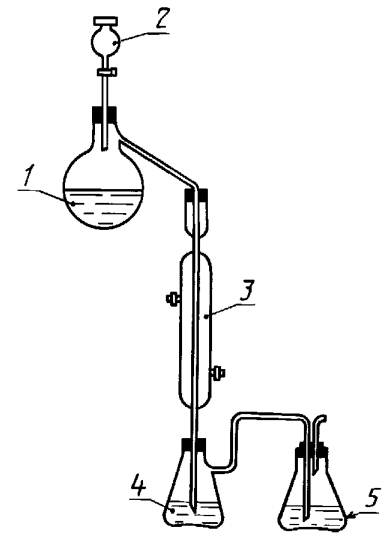
Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3 и раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., плотностью 1,84 г/см^3, разбавленная 1:1.

Кислота сульфаниловая безводная по ГОСТ 5821, ч.д.а., раствор с массовой долей 1 %.

Натрий цианистый технический по ГОСТ 8464, сорт 1-й.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., раствор с массовой долей 1 %.



1 — круглодонная перегонная колба вместимостью 250 см^3; *2* — капельная воронка; *3* — холодильник; *4, 5* — колбы-приемники вместимостью 50—100 см^3

Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а.

Пиридиновый реактив; готовят следующим образом: 60 см^3 пиридина смешивают с 40 см^3 воды и 10 см^3 концентрированной соляной кислоты. Реактив должен быть прозрачным.

Пиридинсульфаниловый реактив готовят смешиванием пиридинового реактива и раствора сульфаниловой кислоты в соотношении 3:0,5.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.4.2. *Приготовление растворов сравнения*

Раствор А: 0,1880 г цианистого натрия в пересчете на 100 %-ный растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной до температуры 20—25 °С воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, тщательно перемешивают и доводят объем раствора водой до метки (раствор А, годен 15 сут).

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора водой до метки (раствор Б, годен для анализа только в день его приготовления). 1 см^3 раствора Б содержит 1 мкг цианионов.

3.4.3. *Построение градуировочного графика*

В одну из двух градуированных пробирок с притертыми пробками вместимостью 10 см^3 помещают 5 см^3 воды, в другую 0,4 см^3 раствора Б, доводят объем раствора водой до 5 см^3, затем в каждую пробирку приливают бромную воду до появления светло-желтой окраски раствора, после чего по каплям приливают раствор гидразина солянокислого или гидразина сернокислого до исчезновения желтой окраски брома и 3,5 см^3 пиридинсульфанилового реактива.

Сразу же измеряют оптическую плотность раствора сравнения по отношению к контрольному раствору, пользуясь синим светофильтром при длине волны 400 нм.

Таким же образом измеряют оптическую плотность растворов сравнения, содержащих 0,6; 0,8; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг цианионов.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс введенные в растворы сравнения количества цианионов в мкг, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений. График проверяют не реже одного раза в 3 мес, а также при замене реактивов или фотоэлектроколориметра.

3.4.4. *Проведение испытания*

В колбу для отгонки (см. чертеж) вносят 20,00 г кормового метионина и 25 см^3 воды, затем присоединяют колбу к прибору и приливают 10 см^3 раствора серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают, затем нагревают до кипения и собирают отгон в колбы-приемники, содержащие по 10 см^3 раствора гидроокиси натрия. Объем отгона должен быть не менее 10 см^3 в первом приемнике. После этого отгонку прекращают, содержимое приемников количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор годен для анализа только в день его приготовления.

В градуированную пробирку вместимостью 10 см^3 вносят 4 см^3 отгона, нейтрализуют его по индикаторной бумаге раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH 7,0, а затем доводят объем раствора водой до 5 см^3. К нейтральному раствору прибавляют избыток бромной воды до появления желтой окраски раствора. Избыток брома удаляют раствором гидразина солянокислого или сернокислого, добавляя его по каплям до исчезновения окраски брома. Затем приливают 3,5 см^3 пиридинсульфанилового реактива, перемешивают и сразу же измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному со всеми компонентами, кроме отгона.

3.4.5. *Обработка результатов*

Содержание цианистых соединений в пересчете на цианионы (X_1), мг на 1 кг, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 50}{m \cdot 4},$$

где C — содержание цианионов, найденное по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески кормового метионина, г;

50; 4 — постоянные коэффициенты.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 мг на 1 кг.

Пределы допустимого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.5. Определение массовой доли мышьяка

Сущность метода заключается в образовании оранжевой или желтой окраски соединений мышьяка на бумаге, пропитанной дихлоридом ртути.

3.5.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Прибор для определения мышьяковистых соединений по ГОСТ 10485 (чертеж), диаметр трубки 10 мм.

Пипетки вместимостью 2 и 5 $см^3$.

Цилиндры 1—10 и 1(3)—25 по ГОСТ 1770.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556, пропитанная раствором уксуснокислого свинца и высушенная при температуре окружающей среды. Хранят в закупоренных банках. Тампон из ваты в приборе меняют после каждого определения.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, свежепрокипяченная.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 15 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированная и раствор концентрацией c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 2 моль/$дм^3$ (2 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 2 моль/$дм^3$ (2 н.).

Олово металлическое гранулированное.

Олово хлористое.

Ртуть хлорная для электроники (производство ЧССР), насыщенный спиртовой раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 10 %.

Фенолфталеин 0,1 % раствор.

Фильтр беззольный «белая лента». Фильтр смачивают насыщенным спиртовым раствором хлорной ртути, дают спирту испариться, повторяют это 4—5 раз, после чего бумагу высушивают при температуре окружающей среды. Хранят в закупоренных банках.

Цинк металлический гранулированный, не содержащий мышьяка; готовят следующим образом: кусочки металлического цинка обрабатывают соляной кислотой для очистки его поверхности, промывают водой и хранят под водой.

3.5.2. *Приготовление растворов сравнения*

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором серной кислоты концентрации 2 моль/$дм^3$, доводят свежепрокипяченной водой до метки.

Раствор Б: 1 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят свежепрокипяченной водой до метки. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,002 мг мышьяка.

Раствор хлористого олова.

100 г металлического олова растворяют в 100 $см^3$ соляной кислоты до прекращения выделения водорода, выдерживают в холодильнике в течение нескольких дней в склянке с пробкой, в которую вставлена капиллярная трубка. Полученный раствор содержит 40—45 % хлористого олова.

3.5.3. *Проведение испытания*

1,00 г кормового метионина помещают в колбу для испытания на мышьяк, приливают 20 $см^3$ концентрированной серной кислоты и кипятят до обугливания, но не менее 40 мин. Затем в горячий раствор приливают по стенке колбы перекись водорода порциями по 3—4 $см^3$ до обесцвечивания раствора, нагревают еще 10—15 мин и после охлаждения до температуры окружающей среды приливают 20 $см^3$ воды, не допуская сильного разогревания, охладив до комнатной температуры. Затем прибавляют 10—12 капель раствора хлористого олова, 2 г гранулированного цинка и сразу закрывают колбу пробкой со вставленной в нее верхней частью прибора. Содержимое колбы осторожно взбалтывают и оставляют на 1 ч.

Параллельно в других таких же приборах проводят контрольные опыты со всеми растворами и с добавлением 0,5; 1,0 и 1,5 $см^3$ раствора Б.

Через 1 ч кружки бумаги, взятые из приборов, помещают в раствор йодистого калия. Через 10 мин раствор йодистого калия сливают, кружки бумаги тщательно промывают несколько раз водой декантацией в том же стакане и сушат между листками фильтровальной бумаги.

Окраска полоски фильтровальной бумаги, взятой из прибора с метионином, не должна превышать окраску бумаги в контрольном опыте (с 1 $см^3$ раствора Б), которая соответствует 2,0 мг/кг мышьяка.

Примечание. Окраску контрольных растворов следует закреплять по ГОСТ 10485, используя расплавленный воск.

3.6. Определение массовой доли остатка после просева

3.6.1. *Аппаратура*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Сито диаметром не менее 150 мм с отверстиями диаметром 1 мм.

3.6.2. *Проведение испытания*

100,0 г кормового метионина просеивают через сито в течение 1 мин ручным способом, делая 100—120 движений в минуту. Размах колебаний около 10 см.

По окончании просеивания остаток из сита переносят на бумагу, затем снова помещают в середину сита, так как часть пыли метионина остается на краях сита, и проводят дополнительное просеивание в течение 10 с.

Кормовой метионин, оставшийся на сите, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

Допускается просеивать метионин с помощью вибрационных механических сит в течение 1 мин.

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю остатка после просева на сите (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески кормового метионина, г;

m_1 — масса остатка кормового метионина на сите, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа ±0,1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7. Определение содержания фтора

Сущность метода заключается в кислотном разложении пробы с последующим потенциометрическим определением фторида с фторселективным электродом.

3.7.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Иономер ЭВ-74 с погрешностью измерения 5 мВ или другого типа с аналогичными характеристиками.

Мешалка магнитная.

Колбы 1(2)—50—2, 1(2)—500—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Электрод вспомогательный лабораторный хлорсеребряный ЭВЛ-1М3.

Электрод фторидный ЭF-VI.

Пипетки вместимостью 0,1; 1; 5 и 50 $см^3$.

Стакан полиэтиленовый вместимостью 70 $см^3$.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

Чашка ЧКЦ-2—500 по ГОСТ 25336.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрацией c (КОН) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и массовой долей 40 %.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, подсушенный при 150 °С в течение 1 ч.

Бумага индикаторная универсальная с pH 1—10.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.7.2. *Подготовка к испытанию*

3.7.2.1. Приготовление растворов сравнения

Раствор А готовят по ГОСТ 4212, 1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг фтора.

Раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до метки. 1 см³ раствора Б содержит 100 мкг фтора. Используют в день приготовления.

3.7.2.2. Приготовление буферного раствора

259 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, добавляют 20 см³ уксусной кислоты и 101 г азотнокислого калия. После растворения солей раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки. Буферный раствор имеет pH 5,5.

3.7.3. *Подготовка к работе электрода*

Новый фторидный электрод выдерживают 24 ч в растворе фтористого натрия концентрации $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³. Затем тщательно промывают водой и проверяют крутизну характеристики (S) электрода (правильность работы) в соответствии с техническим описанием и методикой проверки на электрод фторидный ЭF-VI.

При ежедневной работе его хранят, погрузив в раствор фторида натрия концентрации $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³. При длительных перерывах в работе электрод хранят в сухом состоянии.

Температура растворов сравнения, по которым строят градуировочный график, и анализируемых растворов не должна отличаться более чем на 1 °С. Измерение потенциала (мВ) проводят при температуре от 18 до 22 °С.

3.7.4. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 см³ раствора Б, прибавляют по 5 см³ раствора гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³, 5 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.Затем раствор из мерной колбы переливают в полиэтиленовый стакан, опускают электроды в раствор, перемешивают на магнитной мешалке 3 мин до установления равновесного потенциала и записывают показания прибора (мВ).

Перед измерением фторидный электрод промывают водой и промакают фильтровальной бумагой.

Измерение электродвижущей силы (ЭДС) проводят последовательно, начиная с раствора контрольного образца. По полученным значениям потенциала строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифм концентрации фтора, мкг/см³, а на оси ординат — потенциалы, мВ. Значения C и lg C для растворов градуировочного графика приведены в табл. 2.

Таблица 2

C, $\frac{\text{мкг}}{\text{см}^3}$	lg C
0	—
0,2	−0,699
0,5	−0,301
1,0	0
2,0	0,301
5,0	0,699
10,0	1,000

Стабильность градуировочного графика периодически проверяют по нескольким растворам шкалы, крутизну фторидного электрода — ежедневно.

3.7.5. *Проведение испытания*

Около 1,00 г кормового метионина помещают в коническую колбу, которую ставят в чашку с водой, имеющей температуру от 11 до 13 °С. При перемешивании приливают 5 см³ соляной кислоты. Затем к смоченной навеске приливают осторожно по каплям 2 см³ перекиси водорода. Полученный гидролизат разбавляют 15 см³ воды, нейтрализуют раствором гидроокиси калия с массовой долей 40 % до pH 4—5 (по индикаторной бумаге), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ буферного раствора и доливают водой до метки.

Раствор из мерной колбы переливают в полиэтиленовый стакан, опускают электроды, перемешивают 3 мин на магнитной мешалке и записывают равновесное значение потенциала (мВ).

3.7.6. *Обработка результатов*

Содержание фтора (X_3), мг на 1 кг, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m},$$

где C — массовая доля фтора в анализируемом растворе, равная антилогарифму концентрации, соответствующей измеренному потенциалу, мкг/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески метионина кормового, г.

Для контроля правильности определения рекомендуется анализировать пробу с первым раствором градуировочного графика.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 15 %.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа ±15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.8. Определение содержания свинца и кадмия

Сущность метода заключается в концентрировании свинца и кадмия в виде диэтилдитиокарбаматов, извлечении образовавшихся комплексов хлороформом, реэкстракции металлов соляной кислотой и в их электрохимическом определении.

3.8.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Полярограф ПА-2 или аналогичного типа с чувствительностью определения 10^{-7} А и режимом дифференциальной импульсной полярографии.

Полярографическая ячейка: двухгорлая конусообразная колба вместимостью 15 см^3 с отверстием для слива или полярографическая ячейка без впаянной проволоки со сменным платиновым электродом.

Электроды: капельный ртутный с длиной капилляра 150 мм и внутренним диаметром 0,08 мм; донная ртуть (контакт осуществляется через платиновую проволоку).

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Воронка делительная ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—10—2 по ГОСТ 1770.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 10 и 20 см^3.

Стаканы 8—1—100 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гелий газообразный или азот газообразный по ГОСТ 9293, очищенный пропусканием через раствор пирогаллола А.

Глицерин по ГОСТ 6259, разбавленный дистиллированной водой 1:1.

Калия гидроокись по ГОСТ 23463, раствор концентрации c (KOH) = 2 моль/дм^3 (2 н.) и раствор с массовой долей 37 %.

Кадмий хлористый 2,5-водный по ГОСТ 4330.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.).

Метионин фармакопейный.

Натрия N,N′-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор с массовой долей 1 %.

Пирогаллол А; раствор готовят следующим образом: 44 г пирогаллола А растворяют в 132 см^3 37 % раствора гидроокиси калия.

Ртуть по ГОСТ 4658, марка РО или очищенная.

Свинец двухлористый.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

3.8.2. *Приготовление растворов сравнения*

Раствор А: 0,1342 г двухлористого свинца растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3. 1 см^3 раствора содержит 1 мг свинца.

Раствор Б: 0,1016 г хлористого кадмия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 200 см^3. 1 см^3 раствора содержит 0,25 мг кадмия.

Раствор В: 1 см^3 раствора А и 1 см^3 раствора Б разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3. 1 см^3 раствора содержит 10,0 мкг свинца и 2,5 мкг кадмия.

3.8.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов, содержащих 2,0 и 0,5; 4,0 и 1,0; 8,0 и 2,0; 10,0 и 2,5 свинца и кадмия соответственно.

Для этого к навеске 5,00 г фармакопейного метионина приливают 0,2; 0,4; 0,8; 1,0 см^3 раствора В и 30 см^3 раствора гидроокиси калия концентрации 2 моль/дм^3. После полного растворения

метионина к каждому раствору приливают по 10 см^3 раствора глицерина и по 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата. Полученные растворы тщательно перемешивают, переносят в делительную воронку и в течение 3 мин встряхивают с 10 см^3 хлороформа. Хлороформную фазу отделяют в другую делительную воронку, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты и проводят реэкстракцию свинца и кадмия в течение 30 с. Водную фазу отделяют, промывают 5 см^3 хлороформа, переносят в полярографическую ячейку и после продувки водного слоя гелием в течение 10 мин полярографируют при соблюдении следующих условий:

режим записи — дифференциальный импульсивный, диапазон развертки потенциалов — минус 0,1 — минус 1,5 В;

скорость развертки — 4 или 5 мВ/с;

чувствительность — $5 \cdot 10^{-6}$ А/см;

высота столба ртути — 65 см;

амплитуда импульса — 50 мВ;

потенциал полуволны свинца — минус 0,48 В;

потенциал полуволны кадмия — минус 0,70 В.

Измеряют высоту полярографических волн каждого элемента и по усредненным значениям строят два градуировочных графика, откладывая по оси абсцисс количество свинца и кадмия в микрограммах, а по оси ординат — высоту соответствующей волны в миллиметрах.

3.8.4. *Проведение испытания*

От 1,00 до 5,00 г кормового метионина растворяют в 30 см^3 раствора гидроокиси калия концентрацией 2 моль/дм^3, далее определение ведут, как при построении градуировочного графика.

Анализируемый раствор полярографируют 3—4 раза и по усредненным значениям высоты волны находят массу свинца и кадмия в анализируемом объеме.

3.8.5. *Обработка результатов*

Содержание свинца (X_4) и кадмия (X_5), мг в 1 кг, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C_1}{m};$$

$$X_5 = \frac{C_2}{m},$$

где C_1 — масса свинца, найденная по соответствующему градуировочному графику, мкг;

C_2 — масса кадмия, найденная по соответствующему градуировочному графику, мкг;

m — масса навески метионина, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое относительное расхождение между которыми не должно превышать 10 %.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа ±15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.9. Определение содержания ртути — по ГОСТ 28612.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Кормовой метионин перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок взрывоопасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

По железной дороге упакованную продукцию транспортируют в контейнерах, повагонно и мелкими отправками.

Размещение и крепление контейнеров на открытом железнодорожном подвижном составе должно проводиться в соответствии с правилами погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

4.2. Допускается по согласованию с потребителем кормовой метионин, упакованный в мешки, перевозить в двухслойных пакетах из термоусадочной пленки. Размер пакета 1260 × 1050 × 1500 мм.

4.3. Кормовой метионин хранят в упаковке изготовителя в закрытых неотапливаемых помещениях.

В местах хранения кормового метионина знак безопасности — по ГОСТ 12.4.026.*

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кормового метионина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения кормового метионина — 1 год со дня изготовления.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.026—2001.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.89 № 2268**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 23423—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.044—89	1.3.1	ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 12.1.007—76	1.3.2		
ГОСТ 12.4.026—76	4.3	ГОСТ 8464—79	3.4.1
ГОСТ 61—75	3.7.1	ГОСТ 8864—71	3.8.1
ГОСТ 199—78	3.7.1	ГОСТ 9293—74	3.8.1
ГОСТ 1027—67	3.5.1	ГОСТ 9338—80	1.4.1; 1.4.3
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.7.1; 3.8.1	ГОСТ 10163—76	3.3.1
		ГОСТ 10485—75	3.5.3
ГОСТ 1973—77	3.5.1	ГОСТ 10929—76	3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 2226—88	4.1	ГОСТ 12026—76	3.7.1
ГОСТ 3118—77	3.4.1; 3.5.1; 3.7.1; 3.8.1	ГОСТ 13647—78	3.4.1
ГОСТ 4109—79	3.4.1	ГОСТ 14192—96	1.5.2
ГОСТ 4144—79	3.7.1	ГОСТ 15846—79	1.4.3
ГОСТ 4159—79	3.3.1	ГОСТ 17065—94	1.4.1
ГОСТ 4198—75	3.3.1	ГОСТ 18300—87	3.5.1
ГОСТ 4204—77	3.4.1; 3.5.1	ГОСТ 19433—88	1.5.2; 2.2
ГОСТ 4212—76	3.7.2.1	ГОСТ 20015—88	3.8.1
ГОСТ 4232—74	3.3.1; 3.5.1	ГОСТ 21119.1—75	3.3.4
ГОСТ 4328—77	3.4.1; 3.5.1	ГОСТ 21119.10—75	3.3.5
ГОСТ 4330—76	3.8.1	ГОСТ 24104—88	3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 4463—76	3.7.1		
ГОСТ 4658—73	3.8.1	ГОСТ 24363—80	3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 5556—81	3.5.1	ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 5821—78	3.4.1	ГОСТ 27068—86	3.3.1
ГОСТ 5841—74	3.4.1	ГОСТ 28612—90	3.9
ГОСТ 6259—75	3.8.1		

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

6. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 5—91)**

gost.e-ecolog.ru