ГОСТ 13496.1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания натрия и хлорида натрия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ТК 41; Киевским институтом хлебопродуктов

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии 17 октября 1999 г. № 413-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13496.1—98 введен в действие непосредственно в качестве Государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.1—89

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания натрия и хлорида натрия

Mixed fodder and raw mixed fodder.
Methods for sodium and sodium chloride determination

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает методы определения содержания натрия и хлорида натрия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Кадмий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Калий хромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.3—92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 17792—72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование стеклянные лабораторные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—85) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

3 Методы отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681.

4 Методы определения содержания натрия и хлорида натрия

4.1 **Ионометрический метод определения содержания натрия и хлорида натрия (основной)**

4.1.1 Сущность метода состоит в экстракции хлорида натрия, содержащегося в пробе, буферным раствором гидроксида кальция и последующем определении натрия методом добавок с помощью стеклянного натрийселективного электрода ЭСЛ-51-07.

Содержание натрия пересчитывают на хлорид натрия.

Метод позволяет определять содержание натрия в комбикормах и комбикормовом сырье от 0,023 до 2,3 % и хлорида натрия — от 0,06 до 5,8 %.

4.1.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

- цифровой иономер типа И-130М или других марок с аналогичными параметрами; допускается использование стрелочных иономеров типа ЭВ-74 с дискретностью отсчета ±1 мВ;
- стеклянный натрийселективный электрод ЭСЛ-51-07;
- электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792;
- мешалку магнитную типа ММ-3;
- мельничку лабораторную типа МРП или других аналогичных марок;
- сито с отверстиями диаметром 1 мм;
- весы лабораторные 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный температурой нагрева 120 °С;
- аппарат для встряхивания жидкостей в емкостях типа АВУ-6с или других аналогичных марок;
- колбы конические вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- колбы мерные вместимостью 1000, 200, 100 и 50 $см^3$ исполнений 1 и 2, 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- стаканы стеклянные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- пипетки вместимостью 50; 20; 10; 5 и 1 $см^3$ исполнений 1, 2, 4, 5, 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- воронку стеклянную диаметром 6 см по ГОСТ 25336;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233, х.ч.;
- кальция гидроксид, стандарт-титр, pH 12,45;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.1.3 Подготовка к проведению анализа

4.1.3.1 Подготовка проб

Из средней пробы комбикорма или комбикормового сырья методом квартования (ГОСТ 13496.0) выделяют около 100 г продукта, измельчают на лабораторной мельничке и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Подготовленные пробы хранят в стеклянных или пластмассовых емкостях с крышками в сухом месте.

4.1.3.2 Приготовление растворов

4.1.3.2.1 Буферный раствор гидроксида кальция pH 12,45 готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.

4.1.3.2.2 Приготовление раствора для экстракции хлорида натрия

20 $см^3$ буферного раствора гидроксида кальция (pH 12,45), приготовленного согласно 4.1.3.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

4.1.3.2.3 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = = 0,5 моль/$дм^3$.

Навеску хлорида натрия 2,9222 г, предварительно высушенного при 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде и доводят до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

4.1.3.2.4 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = = 0,05 моль/дм^3

10 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,5 моль/дм^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

4.1.3.2.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = = 0,001 моль/дм^3

2 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,5 моль/дм^3 переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

4.1.3.3 Подготовка индикаторного натрийселективного электрода ЭСЛ-51-07

Перед анализом каждой пробы электрод в течение 10 мин выдерживают при перемешивании в дистиллированной воде с ее двухразовой сменой, а затем в течение 5 мин в растворе хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,001 моль/дм^3.

После проведения анализа электродную пару тщательно промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

4.1.4 Порядок проведения анализа

Навеску пробы массой около 0,6; 6,0 и 30,0 г (при ожидаемом содержании хлорида натрия соответственно 3,0; 1,0 и 0,1 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой. Добавляют 200 см^3 раствора, приготовленного согласно 4.1.3.2.2 и взбалтывают в течение 10 мин.

5 см^3 полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,05 моль/дм^3, 5 см^3 буферного раствора гидроксида кальция и доводят водой до метки. Раствор перемешивают и количественно переносят в первый стакан, куда опускают электродную пару и магнитную вертушку. Измеряют ЭДС цепи до постоянного значения потенциала (E_1).

Электродную пару опускают во второй стакан с 50 см^3 полученной суспензии и измеряют ЭДС цепи. После установления постоянного значения потенциала (E_2) к суспензии добавляют 0,5 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,5 моль/дм^3 и снова измеряют ЭДС до постоянного значения потенциала E_3.

Полученные значения потенциалов (E_1, E_2, E_3) фиксируют в лабораторном журнале.

4.1.5 Расчет результатов анализа

Массовую долю натрия в пробе X_1, %, рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{2{,}2990}{(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1)\, m}, \qquad (1)$$

где 2,2990 — содержание натрия в 200 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,5 моль/дм^3, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$S = E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции, Na^+ мВ/р;

m — масса навески, г.

За конечный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты округляют до второго десятичного знака при содержании натрия более 0,1 % и до третьего — при содержании менее 0,1 %.

Массовую долю натрия в сухом веществе X_2, %, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{X_1\, 100}{100 - W}, \qquad (2)$$

где W — влажность пробы, %, определенная по ГОСТ 13496.3.

Массовую долю хлорида натрия в пробе X_3, %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = 2{,}54\, X_1, \qquad (3)$$

где 2,54 — коэффициент пересчета натрия на хлорид натрия.

Массовую долю хлорида натрия в сухом веществе X_4, %, рассчитывают по формуле

$$X_4 = 2{,}54\ X_2. \quad (4)$$

4.1.6 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс.}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс.}$), при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс.} = 0{,}061 \quad \overline{X} + 0{,}011, \quad (5)$$

$$D_{абс.} = 0{,}084 \quad \overline{\overline{X}} + 0{,}051, \quad (6)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;

0,061; 0,084; 0,011; 0,051 — коэффициенты регрессии.

Предельную погрешность результата анализа ($\Delta_{абс.}$) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ определяют по формуле

$$\Delta_{абс.} = 0{,}05\ \overline{X} + 0{,}03, \quad (7)$$

где 0,05; 0,03 — коэффициенты регрессии.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным значениями содержания натрия в стандартном образце не превышает следующего значения:

$$\overline{D} = 0{,}059\ X_{ат.} + 0{,}036, \quad (8)$$

где $\overline{D}$ — допустимое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, %;

$X_{ат.}$ — аттестованное значение массовой доли натрия, взятое из свидетельства, %;

0,059; 0,036 — коэффициенты регрессии.

Контрольные анализы образцов и анализ стандартных образцов проводят в двух параллельных определениях.

4.2 **Ионометрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия**

4.2.1 Сущность метода состоит в экстракции хлоридов раствором азотной кислоты и дальнейшем их определении методом добавок с использованием твердофазного хлоридселективного электрода типа ЭК 21.01.01.

Содержание хлоридов пересчитывают на хлорид натрия.

Метод позволяет определять массовую долю хлоридов в комбикормах и комбикормовом сырье от 0,04 до 3,52 % и хлорида натрия — от 0,06 до 5,8 %.

4.2.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

- цифровой иономер типа И-130М или других марок с аналогичными параметрами; допускается использование стрелочных иономеров типа ЭВ-74 с дискретностью отсчета ±1 мВ;
- твердофазный хлоридселективный электрод типа ЭК 21.01.01;
- электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792;
- ключ электролитический, заполненный раствором нитрата калия концентрации $c(KNO_3)$ = = 1 моль/дм^3;
- мешалку магнитную типа ММ-3;
- мельничку лабораторную типа МРП или других аналогичных марок;
- сито с отверстиями диаметром 1 мм;
- весы лабораторные 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный температурой нагрева 120 °С;
- аппарат для взбалтывания жидкостей в емкостях типа АВУ-6с или других аналогичных марок;
- колбы мерные вместимостью 1000; 100 и 50 см^3 исполнений 1 и 2, 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- стаканы стеклянные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- колбы конические вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336;

- пипетки вместимостью 100; 50; 10 и 1 $см^3$ исполнений 1; 2; 4; 5, 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- воронку стеклянную диаметром 6 см по ГОСТ 25336;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233, х.ч.;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч.;
- калия нитрат по ГОСТ 4217, х.ч.;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026.

4.2.3 Подготовка к проведению анализа

4.2.3.1 Подготовка проб — по 4.1.3.1.

4.2.3.2 Приготовление растворов

4.2.3.2.1 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = = 0,1 моль/$дм^3$

6,7 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 г/$см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают (операцию выполняют в вытяжном шкафу).

4.2.3.2.2 Приготовление раствора нитрата калия молярной концентрации $c(KNO_3)$ = = 1 моль/$дм^3$.

Навеску нитрата калия 10,1107 г, предварительно высушенного при 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде и доводят до метки. Содержимое колбы старательно перемешивают.

4.2.3.2.3 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = = 0,5 моль/$дм^3$ — по 4.1.3.2.3.

4.2.3.2.4 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = = 0,05 моль/$дм^3$ — по 4.1.3.2.4.

4.2.3.2.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = = 0,001 моль/$дм^3$ — по 4.1.3.2.5.

4.2.3.3 Подготовка индикаторного хлоридселективного электрода ЭК 21.01.01 — по 4.1.3.3.

4.2.4 Порядок проведения анализа

Навеску пробы массой около 2,0; 6,0 и 30,0 г (при ожидаемой массовой доле хлорида натрия соответственно 3,0; 1,0 и 0,1 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ с притертой пробкой. Добавляют 200 $см^3$ раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = 0,1 моль/$дм^3$ и взбалтывают в течение 10 мин.

5 $см^3$ полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,05 моль/$дм^3$ и доводят до метки раствором азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = 0,1 моль/$дм^3$. Раствор перемешивают и количественно переносят в стакан, куда опускают индикаторный хлоридселективный электрод ЭК 21.01.01 и магнитную вертушку. Индикаторный электрод с помощью солевого мостика, заполненного раствором нитрата калия молярной концентрации $c(KNO_3)$ = 1 моль/$дм^3$, соединяют с хлорсеребряным электродом сравнения ЭВЛ-1М3. Измеряют ЭДС цепи до постоянного значения потенциала (E_1).

Индикаторный электрод, солевой мостик и магнитную вертушку опускают в другой стакан с 50 $см^3$ полученной суспензии и измеряют ЭДС цепи. После установления постоянного значения потенциала (E_2) к суспензии добавляют 0,5 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$ и снова измеряют ЭДС до постоянного значения потенциала (E_3).

Постоянные значения потенциалов (E_1, E_2, E_3) фиксируют в лабораторном журнале.

4.2.5 Расчет результатов анализа

Массовую долю в пробе хлоридов X_1, %, рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{3{,}5453}{(10^{-\frac{\Delta E}{S}} - 1)m}, \qquad (9)$$

где 3,5453 — содержание хлоридов в 200 $см^3$ раствора хлорида натрия молярной концентрации $c(NaCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$-S = E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции, мВ/pCl^-;

m — масса навески, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты округляют до второго десятичного знака при содержании хлоридов более 0,1 %, и до третьего — при содержании менее 0,1 %.

Массовую долю хлоридов в сухом веществе X_2, %, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 100}{100 - W}, \quad (10)$$

где W — влажность пробы, %, определенная по ГОСТ 13496.3—92.

Массовую долю хлорида натрия в пробе X_3, %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = 1{,}648\ X_1, \quad (11)$$

где 1,648 — коэффициент пересчета хлоридов на хлорид натрия.

Массовую долю хлорида натрия в сухом веществе X_4, %, рассчитывают по формуле

$$X_4 = 1{,}648\ X_2. \quad (12)$$

4.2.6 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс.}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс.}$), при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс.} = 0{,}032\ \overline{X} + 0{,}014, \quad (13)$$

$$D_{абс.} = 0{,}071\ \overline{\overline{X}} + 0{,}038, \quad (14)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;

0,032; 0,014; 0,071; 0,038 — коэффициенты регрессии.

Предельную погрешность результата анализа ($\Delta_{абс.}$) при односторонней доверительной вероятности $P = 0{,}95$ рассчитывают по формуле

$$\Delta_{абс.} = 0{,}04\ \overline{X} + 0{,}02, \quad (15)$$

где 0,04; 0,02 — коэффициенты регрессии.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным значениями содержания хлоридов в стандартном образце не превышает следующего значения:

$$\overline{D} = 0{,}05\ X_{ат.} + 0{,}027, \quad (16)$$

где $\overline{D}$ — допустимое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, %;

$X_{ат.}$ — аттестованное значение массовой доли хлоридов, взятое из свидетельства, %;

0,05; 0,027 — коэффициенты регрессии.

Контрольные анализы образцов и анализ стандартных образцов проводят в двух параллельных определениях.

4.3 **Аргентометрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия (арбитражный)**

4.3.1 Сущность метода состоит в растворении хлоридов пробы в воде, осветлении раствора, слабом окислении азотной кислотой, осаждении хлоридов в виде хлорида серебра с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра и титровании избытка нитрата серебра стандартным титрованным раствором роданида калия или роданида аммония.

4.3.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

- весы лабораторные 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- аппарат для взбалтывания жидкостей в емкостях типа АВУ-6с или других аналогичных марок;
- колбы мерные вместимостью 1000; 500; 200; 100 см^3 исполнений 1 и 2, 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- колбы конические вместимостью 250; 100 и 50 см^3 по ГОСТ 25336;

- пипетки вместимостью 100, 50, 25, 20, 5 и 2 см^3 исполнений 1, 2, 4, 5, 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- бюретки вместимостью 25, 10 и 5 см^3 по ГОСТ 29252;
- цилиндры вместимостью 500 и 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- уголь активированный, не содержащий и не сорбирующий хлориды;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4208;
- цинка ацетат по ГОСТ 5823;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233 или стандарт-титр;
- калия хромат по ГОСТ 4459, раствор массовой долей 10 %;
- кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61;
- калия феррицианид (II) по ГОСТ 4207;
- калия роданид или аммония роданид по ГОСТ 4139;
- серебра нитрат по ГОСТ 1277;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- гексан;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.3.3 Подготовка к проведению анализа

4.3.3.1 Подготовка проб — по 4.1.3.1.

4.3.3.2 Приготовление раствора Карреза-1

21,9 г ацетата цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом объеме дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят водой до метки.

4.3.3.3 Приготовление раствора Карреза-2

10,6 г феррицианида (II) калия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят водой до метки.

4.3.3.4 Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов

500 г измельченных квасцов растворяют в 1000 см^3 кипящей дистиллированной воды. Раствор охлаждают, помещая колбу в холодную воду.

Образовавшиеся кристаллы отделяют декантацией или фильтрованием. К полученному раствору при перемешивании добавляют небольшими порциями концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока раствор не станет прозрачным (около 40 см^3).

4.3.3.5 Приготовление раствора хлорида натрия молярной концентрации c(NaCl) = 0,1 моль/дм^3

5,8454 г хлорида натрия, предварительно высушенного при 120 °С до постоянной массы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

4.3.3.6 Приготовление раствора нитрата серебра молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3

17,00 г нитрата серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки. Раствор хранят в банке из темного стекла.

4.3.3.7 Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 отмеряют 20 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, добавляют 4 капли раствора хромата калия массовой долей 10 % и титруют раствором нитрата серебра при постоянном перемешивании до изменения окраски раствора от лимонной до слабо-оранжевой.

Коэффициент поправки к раствору нитрата серебра K_1 рассчитывают по формуле

$$K_1 = \frac{V K}{V_1}, \qquad (17)$$

где V — объем раствора хлорида натрия, см^3;

K — коэффициент поправки раствора хлорида натрия, равный 1;

V_1 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, см^3.

4.3.3.8 Молярную концентрацию раствора нитрата серебра C_1, моль/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_1 = CK_1, \qquad (18)$$

где C — заданная молярная концентрация нитрата серебра в растворе, равная 0,1 моль/дм^3;

K_1 — коэффициент поправки к раствору нитрата серебра.

4.3.3.9 Приготовление раствора роданида калия или роданида аммония молярной концентрации $c(KSCN)$ или $c(NH_4SCN) = 0{,}1$ моль/дм^3

9,72 г роданида калия или 8,00 г роданида аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки.

Раствор хранят в банке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

4.3.3.10 Определение коэффициента поправки раствора роданида калия или роданида аммония

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отмеряют 25 см^3 раствора нитрата серебра, добавляют 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов, 50 — 100 см^3 дистиллированной воды и титруют раствором роданида калия или роданида аммония до неисчезающей слабооранжевой окраски.

Коэффициент поправки раствора роданида калия или роданида аммония (K_2) рассчитывают по формуле

$$K_2 = \frac{V_2 K_1}{V_3}, \qquad (19)$$

где V_2 — объем раствора нитрата серебра, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора нитрата серебра;

V_3 — объем раствора роданида калия или роданида аммония, израсходованный на титрование, см^3.

4.3.3.11 Точную концентрацию раствора роданида калия или роданида аммония C_2, моль/дм^3, рассчитывают по формуле

$$c_2 = c_3 K_2, \qquad (20)$$

где c_3 — заданная молярная концентрация раствора роданида калия или роданида аммония, равная 0,1 моль/дм^3;

K_2 — коэффициент поправки к раствору роданида калия или роданида аммония.

4.3.4 Порядок проведения анализа

Навеску исследуемого продукта массой около 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 400 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора Карреза-1, перемешивают и добавляют 5 см^3 раствора Карреза-2. Содержимое колбы взбалтывают на аппарате для взбалтывания в течение 30 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Для получения неокрашенных и прозрачных вытяжек в колбу с навеской добавляют 1 г активированного угля.

Для кормов с высоким содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутых гидротермической обработке, анализ проводят, как описано выше, но не фильтруют. 100 см^3 вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки ацетоном. Раствор перемешивают и фильтруют.

В коническую колбу переносят аликвотную часть (25—100 см^3) фильтрата соответственно ожидаемому содержанию хлоридов. Аликвотная часть должна содержать не более 150 мг хлорида. Раствор доводят дистиллированной водой до объема не менее 50 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и 2 капли раствора роданида калия или роданида аммония из бюретки, заполненной до нулевой отметки (остаток раствора используется потом для титрования избытка нитрата серебра). Потом добавляют раствор нитрата серебра из бюретки или пипетки до исчезновения красной окраски и некоторый его избыток (для комбикормов и сырья в зависимости от ожидаемого содержания хлоридов общий объем добавленного нитрата серебра составляет от 2 до 5 см^3, для контрольного опыта — от 0,5 до 2 см^3). При добавлении нитрата серебра содержимое колбы энергично взбалтывают для коагуляции выпадающего осадка. Для обеспечения лучшей коагуляции осадка добавляют 5 см^3 гексана. Опыт выполняют в вытяжном шкафу. Потом титруют избыток нитрата серебра раствором роданида калия или роданида аммония до появления красновато-коричневой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя все указанные реактивы. Вместо исследуемой вытяжки берут такой же объем дистиллированной воды.

4.3.5 Расчет результатов анализа

Массовую долю в пробе хлорида натрия X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{5{,}845\,[(V_5 - V'_5)\,c_1 - (V_6 - V'_6)\,c_2]\,500}{m\,V_4}, \qquad (21)$$

где 5,845 — коэффициент для пересчета результата в виде процентного содержания хлорида натрия;

V_5 — объем раствора нитрата серебра, добавленный в исследуемую пробу, см^3;

V_5' — объем раствора нитрата серебра, добавленный в контрольный опыт, см^3;

c_1 — точная молярная концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм^3;

V_6 — объем раствора роданида калия или роданида аммония, использованный на титрование исследуемой пробы, см^3;

V_6' — объем раствора роданида калия или роданида аммония, использованный на титрование контрольного опыта, см^3;

c_2 — точная молярная концентрация раствора роданида калия или роданида аммония, моль/дм^3;

500 — общий объем водной вытяжки, см^3;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части фильтрата, использованный для анализа, см^3.

Для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутых гидротермической обработке, массовую долю хлорида натрия в процентах рассчитывают по формуле

$$X = \frac{5{,}845\,[(V_5 - V_5')\,c_1\,(V_6 - V_6')\,c_2]\cdot 1000}{m \cdot V_4}, \qquad (22)$$

где 1000 — объем вытяжки с учетом разведения.

За конечный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

4.3.6 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05 % при содержании хлорида натрия менее 1 %. При содержании хлорида натрия более 1 % предельно допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 5 %.

5 Оформление результата анализа

Полученный результат записывают в лабораторном журнале и выдают заказчику в соответствии с формой, указанной в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Форма записи результата анализа

Дата	Проба комбикорма или комбикормового сырья	Массовая доля натрия, X_1, %	Массовая доля хлорида натрия, X_3, %	Исполнитель

УДК 636.085:546.33′131.06:006.354 МКС 65.120 С19 ОКСТУ 9209 9296

Ключевые слова: комбикорма, сырье комбикормовое, натрий, хлорид натрия, ионометрия, метод добавок, натрийселективный электрод, хлоридселективный электрод, аргентометрия

gost.e-ecolog.ru