ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ, КОРМА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЫ, НЕ РАСТВОРИМОЙ В СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

ГОСТ 13496.14—87

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.085:006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ, КОРМА

Метод определения золы, не растворимой в соляной кислоте

Mixed fodder, raw mixed fodder, fodder
Method for determination of ash insoluble in hydrochloric acid

ГОСТ 13496.14—87

ОКСТУ 9296

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, комбикормовое сырье и корма растительного происхождения и устанавливает метод определения в них содержания золы, не растворимой в соляной кислоте.

Сущность метода заключается в сжигании пробы (для сырья минерального происхождения без сжигания) с последующей обработкой полученного остатка соляной кислотой при нагревании и прокаливании золы в муфельной печи до постоянной массы. При возникновении разногласий в определении нерастворимой в соляной кислоте золы в исследуемом продукте применяют данный метод.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0—80, ГОСТ 17681—82, ГОСТ 13979.0—86, ГОСТ 27262—87.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80, другие весы того же класса точности;

мельницу лабораторную электрическую;

печь муфельную по ГОСТ 13474—79;

шкаф сушильный лабораторный;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987

щипцы для тиглей муфельные;
ножницы;
плитку электрическую или горелку газовую;
сито с отверстиями диаметром 1 мм;
эксикатор по ГОСТ 25336—82;
чашки фарфоровые № 1, 2 (диаметр 60—80 мм) или тигли по ГОСТ 9147—80;
стаканы вместимостью 250 и 400 см^3 по ГОСТ 25336—82;
промывалку;
воронку стеклянную по ГОСТ 25336—82;
цилиндр исполнений 1, 2, 3 вместимостью 100 и 500 см^3 по ГОСТ 1770—74;
колбу мерную исполнения 2, 2-го класса точности вместимостью 1 дм^3 по ГОСТ 1770—74;
бумагу фильтровальную плотную обеззоленную по ГОСТ 12026—76 или фильтры обеззоленные;
бумагу индикаторную лакмусовую или универсальную;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, c(HCl)=3 моль/дм^3 раствор;
воду дистиллированную по ГОСТ 7609—72.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

2.2. Подготовка к испытанию

Среднюю пробу испытуемого продукта измельчают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Трудноизмельчимый остаток на сите после дополнительного измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

2.2.1. Приготовление раствора c(HCl)=3 моль/дм^3

255 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 отмеривают цилиндром, осторожно вливают в мерную колбу с водой и доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Испытания комбикормов, комбикормового сырья и кормов растительного происхождения (за исключением кормов минерального происхождения)

Испытуемую пробу массой от 2 до 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г и переносят в предварительно прокаленную до постоянной массы, охлажденную в эксикаторе и взвешенную чашку (тигель), равномерно распределяют по дну чашки и осторожно сжигают на электрической плитке или на дверце муфельной печи, не допуская воспламенения пробы, до прекращения выделения дыма.

Для сжигания большого объема, превышающего половину объема чашки, берут чашки больших размеров, чем указано в п. 2.1.

После сжигания пробы чашку помещают в муфельную печь и прокаливают ее содержимое в течение 3 ч при температуре (550±20)°С.

Если по истечении указанного срока в содержимом чашки будут обнаружены обуглившиеся частицы, прокаливание продолжают в течение 1 ч. Если и после этого обуглившиеся частицы будут заметны, то золу охлаждают, смачивают дистиллированной водой, выпаривают в сушильном шкафу при температуре (103±2)°С, затем снова помещают чашку в печь, прокаливают в течение 1 ч, охлаждают до комнатной температуры.

Допускается проводить получение зольного остатка по ГОСТ 26226—84.

Для ускорения проведения анализа прокаливание чашки с сожженной известкой допускается проводить в течение 3—4 ч при температуре (700±20)°С. Затем чашку охлаждают, золу осторожно смачивают дистиллированной водой, выпаривают воду в сушильном шкафу или на электроплитке, затем снова помещают чашку в печь, прокаливают еще в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры.

Полученную золу количественно переносят с 30—75 см^3 раствора соляной кислоты в химический стакан, нагревают на плитке или газовой горелке до кипения и слабо кипятят в течение 15 мин. Затем фильтруют горячий раствор через беззольную фильтровальную бумагу и промывают бумажный фильтр и остаток горячей водой до получения нейтральной реакции промывных вод по лакмусовой (универсальной) бумаге. Переносят фильтровальную бумагу с остатком в чашку (или тигель) для прокаливания, предварительно нагретую в течение не менее 3 мин в муфельной печи при температуре 550°С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную. Высушивают чашку и ее содержимое в течение 2 ч в сушильном шкафу при температуре (103±2)°С, затем прокаливают в муфельной печи при температуре (550±20)°С в течение 30 мин, охлаждают чашку в эксикаторе до комнатной температуры и быстро взвешивают.

Прокаливание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

Для ускорения проведения испытания допускается высушивать чашку с остатком в течение 15 мин в сушильном шкафу при температуре (160±2)°С или на дверце муфеля, затем прокаливать в муфельной печи при температуре (700±20)°С в течение 1 ч с дальнейшим охлаждением в эксикаторе и взвешиванием до постоянной массы.

2.3.2. Испытания кормов минерального происхождения

5 г пробы взвешивают в химическом стакане, добавляют последовательно 25 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты, перемешивают и дают отстояться до тех пор, пока не прекратится пенообразование. Затем добавляют 50 см³ раствора соляной кислоты и снова выжидают до прекращения пенообразования. Химический стакан со смесью нагревают на водяной бане не менее 30 мин. Горячий раствор фильтруют через беззольную фильтровальную бумагу (фильтр) и промывают фильтр с остатком горячей воды до нейтральной реакции промывных вод. Переносят фильтр с остатком в тигель, высушивают в сушильном шкафу при температуре (160±2)°С в течение 30 мин, затем прокаливают в муфельной печи при температуре (700±20)°С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,001 г.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. Массовую долю золы, не растворимой в соляной кислоте (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_3-m_1}{m_2}\cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса чашки (или тигля), г;

m_2 — масса исходной пробы, г;

m_3 — масса чашки (тигля) с нерастворимой золой, г.

2.4.2. Массовую долю золы, не растворимой в соляной кислоте, в пересчете на абсолютно сухое вещество (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

2.4.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при массовой доле нерастворимой в соляной кислоте золы менее 1 или более 1% не должны превышать соответственно 0,05 и 0,3%, а для результатов, полученных в разных лабораториях, — соответственно 0,1 и 0,5%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Минхлебопродуктов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. И. Орлов, Н. В. Лисицина, А. П. Куликовская, Л. А. Гелашвили

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.09.87 № 3645

3. **Срок первой проверки — 1990 г.**

4. **Соответствует** СТ СЭВ 4763—84 (разд. 2)

5. **Взамен ГОСТ 13496.14—75**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 7609—72	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 13474—79	2.1
ГОСТ 13496.0—80	1.1
ГОСТ 13979.0—86	1.1
ГОСТ 17681—82	1.1
ГОСТ 24104—80	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 26226—84	2.3.1
ГОСТ 27262—87	1.1

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *И. Н. Капустина*
Корректор *В. И. Варенцова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб 12.10.87 Подп в печ 30.11.87 0,5 усл. печ. л. 0,5 усл. кр.-отт 0,34 уч.-изд. л.
Тир 5000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1288