



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И ХЛОРИСТОГО  
НАТРИЯ

ГОСТ 13496.1—89

Издание официальное

БЗ 6—89/498

5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****КОМБИКОРМА,  
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ****Методы определения натрия и  
хлористого натрия****ГОСТ****13496.1—89**

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

**ОКСТУ 9809**

**Срок действия** с 01.01.91  
до 01.01.96

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белко-в-витаминные добавки, комбикормовое сырье и устанавливает методы определения в них натрия и хлористого натрия (поваренной соли).

**1. ОТБОР ПРОБ**

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

**2. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ**

2.1. Сущность метода заключается в осаждении белковых веществ испытуемого продукта раствором азотной кислоты и титровании хлоридов по Фольгарду.

**2.2. Аппаратура и реактивы**

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с температурой нагрева 120°C.

Ножницы.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Колбы мерные вместимостью 200 и 1000 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 250 и 2000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 50 см<sup>3</sup> исполнений 2, 3 по ГОСТ 20292.

Бюretки вместимостью 10 и 25 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 6 по ГОСТ 20292.

Цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Ступка фарфоровая.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 или калий хлористый по ГОСТ 4234, растворы концентрацией  $c(\text{NaOH})$  или  $c(\text{KOH}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ .

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрацией  $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ .

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205.

Аммоний роданистый или калий роданистый по ГОСТ 4139, растворы концентрацией  $c(\text{NH}_4\text{SCN})$  или  $c(\text{KSCN}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ .

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10%.

Железо сернокислое (II), 7-водное по ГОСТ 4118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота азотная плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup> по ГОСТ 4461 и раствор с массовой концентрацией 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

### 2.3. Подготовка к испытанию

#### 2.3.1. Подготовка проб

Из средней пробы комбикормов и комбикормового сырья методом квартования выделяют около 100 г материала, 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.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте.

#### 2.3.2. Приготовление раствора азотной кислоты с массовой концентрацией 10%

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 110 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и, периодически помешивая, доводят раствор дистиллированной водой до метки.

### 2.3.3. Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов

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

Образовавшиеся кристаллы отделяют декантированием или фильтрованием. К полученному раствору при помешивании приливают небольшими порциями концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока раствор не станет просветляться (около 40 см<sup>3</sup>).

### 2.3.4. Приготовление раствора хлористого натрия или хлористого калия концентрацией $c(NaCl) = 0,05$ моль/дм<sup>3</sup>

2,9227 г хлористого натрия или 3,7278 г хлористого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 120 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют дистиллированной водой и доводят раствор водой до метки.

Допускается приготовление растворов из фиксаналов.

### 2.3.5. Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3)_2 = 0,05$ моль/дм<sup>3</sup>

8,5 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят раствор водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

#### 2.3.5.1. Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия или хлористого натрия концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 4 капли раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра при постоянном помешивании до изменения цвета раствора со взмученным осадком от лимонного до слабо-оранжевого.

Коэффициент поправки к раствору азотнокислого серебра ( $K_1$ ) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V \cdot K}{V_1},$$

где  $V$  — объем раствора хлористого калия или хлористого натрия, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки раствора хлористого калия или хлористого натрия, равный 1;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 2.3.6. Приготовление раствора железа сернокислого (III)

220 г железа сернокислого (II) 7-водного переносят в коническую колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистил-

лированной воды, с помощью цилиндра приливают 33 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и подогревают на электроплитке до кипения. К горячему раствору приливают концентрированную азотную кислоту (около 26 см<sup>3</sup>) до бурного выделения паров окислов азота. Раствор охлаждают и оставляют для осветления на 1—2 сут.

2.3.7. Приготовление раствора роданистого аммония или роданистого калия концентрацией  $c(NH_4CSN)$  или  $c(KSCN) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>

Около 4 г роданистого аммония или 4,86 г роданистого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

2.3.7.1. Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 25 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, добавляют 2 см<sup>3</sup> насыщенного раствора железоаммонийных квасцов, 50—100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и титруют раствором роданистого аммония или роданистого калия до неисчезающей слабо-оранжевой окраски.

Коэффициент поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия ( $K_2$ ) вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3},$$

где  $V_2$  — объем раствора азотнокислого серебра, см<sup>3</sup>;

$K_1$  — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;

$V_3$  — объем раствора роданистого аммония или роданистого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

## 2.4. Проведение испытания

Навеску испытуемого продукта массой около 2 г переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты с массовой концентрацией 10%. Содержимое колбы встряхивают, чтобы оно увлажнилось кислотой, и приливают 100—120 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор в колбе периодически взбалтывают в течение 5 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают отстояться не менее 1 мин. Пипеткой вместимостью 50 см<sup>3</sup>, опущенной в колбу с таким расчетом, чтобы она не касалась осадка, отбирают 50 см<sup>3</sup> вытяжки и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. К раствору приливают 2 см<sup>3</sup> насыщенного раствора железоаммонийных

квасцов или железа (III) сернокислого, добавляют бюреткой избыточное количество (2—5 см<sup>3</sup>) раствора азотнокислого серебра концентрацией  $c(\text{AgNO}_3)=0,05$  моль/дм<sup>3</sup>. Избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония  $c(\text{NH}_4\text{SCN})$  или роданистого калия  $c(\text{KSCN})$  концентрацией  $=0,05$  моль/дм<sup>3</sup>.

Титрование проводят при энергичном помешивании содержащего колбы до слабо-оранжевой окраски.

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю хлоридов, выраженных в виде хлорида натрия ( $X$ ), в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_4 \cdot K_1 - V_5 \cdot K_2) \cdot 0,002922 \cdot V_6 \cdot 100}{m \cdot V_7},$$

где  $V_4$  — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный к испытуемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_5$  — объем раствора роданистого аммония (или калия), израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K_1$  — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра;

$K_2$  — коэффициент поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия;

0,002922 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра концентрацией  $c(\text{AgNO}_3)=0,05$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$V_6$  — объем всей водной вытяжки, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_7$  — объем раствора, израсходованного для титрования, см<sup>3</sup>.

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

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05 %, а между результатами, полученными в разных условиях (в разное время, в разных лабораториях, при работе на разных приборах), — 0,1 %.

## 3. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

3.1. Сущность метода заключается в прямом измерении концентрации ионов натрия в растворе с использованием натриевого селективного электрода.

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

Определение содержания натрия и хлористого натрия ионо-метрическим методом проводят с применением стандартной добавки натрия или без добавки.

3.2. Определение содержания натрия и хлористого натрия без применения стандартной добавки раствора натрия

3.2.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Ионометр типа ЭВ-74 или других аналогичных марок.

Электрод ионоселективный натриевый типа ЭСЛ-51—07.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовий 2-го разряда по ГОСТ 17792.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Шкаф сушильный с температурой нагрева 120°C.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1 или других аналогичных марок.

Мешалка магнитная.

Бумага масштабно-координатная марки ПЛН (полулогарифмическая) по ГОСТ 334.

Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см<sup>3</sup>, исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>, исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Стаканы стеклянные вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>, исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч. или стандарт-титр.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

П р и м е ч а н и е. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие метрологические характеристики.

3.2.2. *Подготовка к испытанию*

3.2.2.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

3.2.2.2. *Приготовление буферного раствора*

53,49 г хлористого аммония взвешивают с точностью до второго десятичного знака, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 78 см<sup>3</sup> водного аммиака и объем доводят дистиллированной водой до метки.

**3.2.2.3. Приготовление смеси буферного раствора и сернокислого магния**

1,23 г сернокислого магния помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают туда 80 см<sup>3</sup> буферного раствора, приготовленного по п. 3.2.2.2, и объем доводят дистиллированной водой до метки. Раствор служит фоном при приготовлении растворов сравнения.

**3.2.2.4. Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией  $c(NaCl)=0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$**

5,8443 г хлористого натрия, предварительно высушенного до постоянной массы при 100°C, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и объем доводят до метки смесью, приготовленной по п. 3.2.2.3.

**3.2.2.5. Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией  $c(NaCl)=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$**

50 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и объем доводят до метки раствором, приготовленным по п. 3.2.2.3.

**3.2.2.6. Приготовление раствора хлористого натрия концентрацией  $c(NaCl)=0,001 \text{ моль}/\text{дм}^3$**

50 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и объем доводят до метки раствором, приготовленным по п. 3.2.2.3.

**3.2.2.7. Подготовка натриевого ионоселективного электрода и хлорсеребряного электрода сравнения к работе**

Электроды готовят к работе в соответствии с паспортом, прилагаемым к электродам.

В промежутках между проведением анализов натриевый ионоселективный электрод хранят в растворе хлористого натрия концентрацией  $c(NaCl)=0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

Электрод сравнения хранят в дистиллированной воде.

**3.2.2.8. Построение градуировочного графика**

Для построения градуировочного графика из трех растворов сравнения, приготовленных по п. 3.2.2.4; 3.2.2.5; 3.2.2.6, содержащих соответственно 2,3; 0,23; 0,023 г/дм<sup>3</sup> натрия, отмеривают примерно по 30 см<sup>3</sup> растворов и вносят в стаканы вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Раствор хлористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> используют для контроля настройки ионометра, который настраивают в режиме «рХ», равным 1,1. После измерения электроды ополаскивают дистиллированной водой, затем поочередно стаканы помещают на магнитную мешалку, в стаканы с растворами помещают электроды и через 1—3 мин измеряют значение потенциала натрия (рNa) в порядке возрастания массовой концентрации ионов натрия в эталонных растворах, потенциал которых соответственно равен 3,01; 2,10; 1,1.

На основании полученных данных строят градуировочный график на бумаге с полулогарифмической сеткой, откладывая по оси абсцисс значение концентрации натрия в растворах, г/дм<sup>3</sup>, а по оси ординат — соответствующее им значение рNa.

После градуировки прибора электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой.

### 3.2.3. Проведение испытания

Навеску измельченного продукта массой 10 г взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 92 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 10 мин. За 1—2 мин до окончания перемешивания к полученной суспензии приливают 8 см<sup>3</sup> буферного раствора, приготовленного по п. 3.2.2.2, и снова перемешивают 1—2 мин. Затем суспензии дают отстояться не менее 1 мин.

Отмеряют мерным цилиндром 40 см<sup>3</sup> раствора, который наливают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Стакан с раствором устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды и измеряют значение потенциала рNa.

Используя значение потенциала рNa находят концентрацию натрия.

### 3.2.4. Обработка результатов

3.2.4.1. Массовую долю натрия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c \cdot V_8 \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $c$  — концентрация натрия, найденная по градуировочному графику, г/дм<sup>3</sup>;

$V_8$  — объем испытуемого раствора, равный 100 см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент перевода кубических дециметров в кубические сантиметры.

3.2.4.2. Массовую долю хлористого натрия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 2,54 \cdot X_1,$$

где  $X_1$  — массовая доля натрия, %;

2,54 — коэффициент пересчета натрия на хлористый натрий.

Допускается рассчитывать содержание натрия и хлористого натрия с помощью вспомогательных таблиц (см. приложения 1 и 2).

3.3. Определение содержания натрия и хлористого натрия с применением стандартной добавки натрия

Метод используют при определении малых содержаний веществ, а также при определении натрия и хлористого натрия в сложных системах, содержащих высокие концентрации посторонних веществ.

### 3.3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 3.2.1.

### 3.3.2. Подготовка к испытанию

3.3.2.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

3.3.2.2. Приготовление растворов и реактивов — по п. 3.2.2.2.—3.2.2.6 и дополнительно.

### 3.3.2.3. Приготовление стандартного раствора натрия

5,08 г хлористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,02 г натрия.

3.3.2.4. Подготовка натриевого ионоселективного и хлорсеребряного электродов к работе — по п. 3.2.2.7.

### 3.3.3. Проведение испытания

Проведение испытания — по п. 3.2.3.

После измерения потенциала анализируемого раствора (рNa<sub>1</sub>) в стакан приливают 0,4 см<sup>3</sup> стандартного раствора натрия, приготовленного по п. 3.3.2.3, и измеряют потенциал раствора (рNa<sub>2</sub>).

### 3.3.4. Обработка результатов

3.3.4.1. Массовую долю натрия ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{\Delta c}{10 \Delta pNa - 1},$$

где  $c$  — изменение концентрации натрия после введения добавки, равное 0,2 %;

$\Delta pNa$  — разность показаний шкалы прибора до введения добавки и после введения добавки (рNa<sub>1</sub>—рNa<sub>2</sub>).

3.3.4.2. Массовую долю хлористого натрия вычисляют по п. 3.2.4.2.

Допускается вычислять содержание натрия и хлористого натрия с помощью вспомогательной таблицы (см. приложение 3).

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ( $d$ ) и между двумя результатами, полученными в разных условиях ( $D$ ) (в разное время, в разных лабора-

ториях, при работе на разных приборах), не должны превышать следующих значений:

$$d=0,02+0,07 \bar{X};$$

$$D=0,02+0,1 \bar{\bar{X}},$$

где  $\bar{X}$  — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\bar{\bar{X}}$  — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, %.

Допускаемые расхождения ( $d$ ,  $D$ ) между результатами определений рассчитаны с доверительной вероятностью  $P=0,95$ .

Границы погрешности результата измерения в процентах при односторонней доверительной вероятности  $P=0,95$  в зависимости от значения измеряемой величины определяют выражением

$$\Delta=\pm(0,012+0,06 X_3),$$

где  $X_3$  — массовая доля натрия, %.

#### 4. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ХЛОРИДОВ

4.1. Сущность метода заключается в растворении хлоридов пробы испытуемого продукта в воде, осветлении раствора, слабом окислении с помощью азотной кислоты, осаждении хлоридов в виде хлорида серебра с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра, титровании избытка нитрата серебра с помощью стандартного титрованного раствора роданида аммония или роданида калия.

Метод применяется при экспортно-импортных поставках комбикормов, белково-витаминных добавок и комбикормового сырья.

##### 4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 и 0,001 г.

Аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1.

Колбы мерные вместимостью 100, 200, 500 и 1000 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 50, 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Пипетки вместимостью 25, 50 и 100 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292.

Бюretки вместимостью 5, 10 и 25 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 6 по ГОСТ 20292.

Цилиндры вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup> исполнений 1, 2, 3, 4 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Уголь активированный, не содержащий и не адсорбирующий хлориды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207.

Аммоний роданистый или калий роданистый по ГОСТ 4139.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Гексан.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**П р и м е ч а н и е.** Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие средства измерений, имеющие такие же или более высокие metro-логические характеристики.

#### 4.3. Подготовка к испытанию

##### 4.3.1. Подготовка проб — по п. 2.3.1.

##### 4.3.2. Приготовление раствора *Карреза-1*

21,9 г уксуснокислого цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> в дистиллированной воде, добавляют 3 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и доводят объем водой до метки.

##### 4.3.3. Приготовление раствора *Карреза-2*

10,6 г железистосинеродистого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем дистиллированной водой до метки.

##### 4.3.4. Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов — по п. 2.2.3.

##### 4.3.5. Приготовление раствора хлористого калия или хлористого натрия концентрацией $c(KCl) = 0,1$ моль/дм<sup>3</sup>

7,4556 г хлористого калия или 5,8454 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 120°C, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют дистиллированной водой и доводят раствор водой до метки.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

##### 4.3.6. Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрацией $c(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм<sup>3</sup>

17,00 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистил-

лированной воды и доводят раствор водой до метки. Хранят раствор в склянке из темного стекла длительное время.

Определение коэффициента поправки раствора азотокислого серебра проводят по п. 2.3.5.1.

Точную концентрацию раствора азотокислого серебра ( $c_1$ ), моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$c_1 = c \cdot K_1,$$

где  $c$  — заданная концентрация азотокислого серебра в растворе, моль/дм<sup>3</sup>;

$K_1$  — коэффициент поправки к раствору азотокислого серебра.

4.3.7. Приготовление раствора роданистого аммония или роданистого калия концентрацией  $c(NH_4SCN)$  или  $c(KSCN) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>

Около 8,00 г роданистого аммония или 9,72 г роданистого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем водой до метки.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

Определение коэффициента поправки раствора роданистого аммония или роданистого калия проводят по п. 2.3.7.1.

Точную концентрацию раствора роданистого аммония или роданистого калия ( $c_2$ ), моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$c_2 = c_3 \cdot K_2,$$

где  $c_2$  — заданная концентрация роданистого аммония или роданистого калия, моль/дм<sup>3</sup>;

$K_2$  — коэффициент поправки к раствору роданистого аммония или роданистого калия.

#### 4.4. Проведение испытания

Навеску испытуемого продукта массой около 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и добавляют туда 400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> раствора Карреза-1, перемешивают, затем приливают 5 см<sup>3</sup> раствора Карреза-2. Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания 30 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Для получения бесцветных и прозрачных вытяжек в колбу с навеской добавляют 1 г активированного угля.

Для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутого гидротермической обработке, испытание проводят, как описано выше, но не фильтруют. 100 см<sup>3</sup> фильтрата или вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора ацетоном до метки, раствор перемешивают и фильтруют.

В коническую колбу переносят аликовотную часть (25—100 см<sup>3</sup>) фильтрата (согласно ожидаемому содержанию хлоридов). Аликовотная часть должна содержать не более 150 мг хлора. Раствор доводят дистиллированной водой до объема не менее 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и две капли раствора роданистого аммония или роданистого калия из бюретки, заполненной до нулевой отметки (остаток раствора используется затем для титрования избыточного количества азотнокислого серебра). Затем добавляют раствор азотнокислого серебра из бюретки или пипетки до исчезновения красного окрашивания и некоторое его избыточное количество (для комбикормов и сырья в зависимости от предполагаемого содержания хлоридов общее количество прибавленного азотнокислого серебра составляет от 2 до 5 см<sup>3</sup>, для контрольного опыта — от 0,5 до 2 см<sup>3</sup>). При добавлении азотнокислого серебра колбу с содержимым энергично встряхивают для коагуляции выпадающего осадка. Для обеспечения лучшей коагуляции выпадающего осадка добавляют 5 см<sup>3</sup> гексана. Затем титруют избыточное количество азотнокислого серебра раствором роданистого аммония или роданистого калия до появления красновато-коричневого цвета, не исчезающего в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя все те же реагенты. Вместо испытуемой вытяжки берут такое же количество дистиллированной воды.

#### 4.5. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов ( $X_4$ ), выраженных в виде хлорида натрия, в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{5,845 \cdot [(V_{10} - V_{10}') \cdot c_1 - (V_{11} - V_{11}') \cdot c_2] \cdot 500}{m \cdot V_9}$$

Массовую долю хлорида натрия для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутого гидротермической обработке, в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{5,845 \cdot [(V_{10} - V_{10}') \cdot c_1 - (V_{11} - V_{11}') \cdot c_2] \cdot 1000}{m \cdot V_9},$$

где  $c_1$  — точная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм<sup>3</sup>;

$c_2$  — точная концентрация раствора роданида аммония или калия, моль/дм<sup>3</sup>;

$V_9$  — объем аликовотной части фильтрата, используемый для анализа, см<sup>3</sup>;

$V_{10}$  — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в испытуемую пробу, см<sup>3</sup>;

$V'_{10}$  — объем раствора азотнокислого серебра, добавленный в контрольный опыт, см<sup>3</sup>;

$V_{11}$  — объем раствора роданида аммония или калия, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V'_{11}$  — объем раствора роданистого аммония или роданистого калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

5,845 — коэффициент для пересчета результатов в виде процентного содержания хлористого натрия;

500 — объем всей водной вытяжки, см<sup>3</sup>;

1000 — объем вытяжки с учетом разведения, см<sup>3</sup>.

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

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05% при содержании хлорида натрия менее 1 %. При содержании хлорида натрия выше 1 % допускаемые относительные расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 5 %.

## **ПРИЛОЖЕНИЕ 1**

### **Обязательное**

**Вспомогательная таблица для пересчета рНа в массовую долю натрия  
(отношение массы пробы к объему экстрагирующего  
раствора 1 : 10)**

Таблица 1

**Вспомогательная таблица для пересчета рНа в массовую долю  
хлорида натрия (отношение массы пробы к объему экстрагирующего  
раствора 1 : 10)**

Таблица 2

**ПРИЛОЖЕНИЕ 3.**  
**Обязательное**

**Вспомогательная таблица для пересчета рNa в массовую долю натрия  
и хлористого натрия, %**

Таблица 3

$\Delta p_{\text{Na}}$	$10^4 p_{\text{Na}} - 1$	Na, %	NaCl, %	$\Delta p_{\text{Na}}$	$10^4 p_{\text{Na}} - 1$	Na, %	NaCl, %
0,05	0,122	1,64	4,17	0,36	1,291	0,15	0,39
0,06	0,148	1,35	3,43	0,37	1,344	0,15	0,38
0,07	0,175	1,14	2,90	0,38	1,399	0,14	0,36
0,08	0,202	0,99	2,52	0,39	1,455	0,14	0,36
0,09	0,230	0,87	2,21	0,40	1,512	0,13	0,33
0,10	0,259	0,77	1,96	0,41	1,570	0,13	0,33
0,11	0,288	0,69	1,75	0,42	1,630	0,12	0,31
0,12	0,318	0,63	1,60	0,43	1,692	0,12	0,31
0,13	0,349	0,57	1,45	0,44	1,754	0,11	0,28
0,14	0,380	0,53	1,35	0,45	1,818	0,11	0,28
0,15	0,413	0,48	1,22	0,46	1,884	0,11	0,28
0,16	0,445	0,45	1,14	0,47	1,951	0,10	0,25
0,17	0,479	0,42	1,07	0,48	2,020	0,10	0,25
0,18	0,514	0,39	0,99	0,49	2,090	0,10	0,25
0,19	0,549	0,36	0,92	0,50	2,162	0,09	0,23
0,20	0,585	0,34	0,86	0,51	2,236	0,09	0,23
0,21	0,622	0,32	0,81	0,52	2,311	0,09	0,23
0,22	0,660	0,30	0,76	0,53	2,388	0,08	0,20
0,23	0,698	0,29	0,74	0,54	2,467	0,08	0,20
0,24	0,738	0,27	0,69	0,55	2,548	0,08	0,20
0,25	0,778	0,26	0,66	0,56	2,631	0,08	0,20
0,26	0,820	0,24	0,62	0,57	2,715	0,07	0,18
0,27	0,862	0,23	0,59	0,58	2,802	0,07	0,18
0,28	0,905	0,22	0,56	0,59	2,890	0,07	0,18
0,29	0,950	0,21	0,53	0,60	2,981	0,07	0,18
0,30	0,995	0,20	0,51	0,61	3,074	0,07	0,18
0,31	1,042	0,19	0,48	0,62	3,169	0,06	0,15
0,32	1,089	0,18	0,46	0,63	3,266	0,06	0,15
0,33	1,138	0,18	0,46	0,64	3,365	0,06	0,15
0,34	1,188	0,17	0,43	0,65	3,467	0,06	0,15
0,35	1,239	0,16	0,41	0,66	3,571	0,06	0,15

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минхлебопродуктом СССР  
ИСПОЛНИТЕЛИ

А. Д. Пелевин, Н. В. Лисицына, Н. П. Куликовская, Э. Г. Нечаева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.89 № 2320

3. Срок первой проверки — 1994 г.

4. Стандарт в части раздела 4 соответствует стандарту ИСО 6495—80

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.2
ГОСТ 334—73	3.2.1
ГОСТ 1277—75	2.2; 4.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 2603—79	4.2
ГОСТ 3760—64	3.2.1
ГОСТ 3773—72	3.2.1
ГОСТ 4139—75	2.2; 4.2
ГССТ 4148—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4205—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4207—75	4.2
ГОСТ 4233—77	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 4234—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4459—75	2.2; 4.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2
ГОСТ 4523—77	3.2.1
ГОСТ 5823—78	4.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 12026—76	4.2
ГОСТ 13496.0—80	1.1
ГОСТ 13586.3—83	1.1
ГОСТ 13979.0—86	1.1
ГОСТ 17681—82	1.1
ГОСТ 17792—72	3.2.1
ГОСТ 20292—84	2.2; 3.2.1; 4.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2.1; 4.2

Редактор *М. В. Глушкина*  
Технический редактор *Л. А. Никитина*  
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 03.08.89 Подп. в печ. 05.10.89 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,17 уч.-изд. л.  
Тираж 6 000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 887