
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
53862—
2010

**КОМБИКОРМА,
БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ
КОНЦЕНТРАТЫ**

Метод определения оксикислот

Издание официальное

БЗ 6—2010/225



Москва
Стандартинформ
2011

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГУ «ВГНКИ»), Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 сентября 2010 г. № 220-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ. 2011

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

КОМБИКОРМА, БЕЛКОВО-ВИТАМИННО-МИНЕРАЛЬНЫЕ КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения оксикислот

Mixed feeds, protein-vitamin-mineral concentrates.
Method for determination of oxiacids

Дата введения — 2011—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты и устанавливает гравиметрический метод определения оксикислот в диапазоне измерений от 0,3 % до 100 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытываемых проб
- ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
- ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
- ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования
- ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия
- ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
- ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира

- ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **оксикислоты**: Вторичные продукты окисления липидов.

4 Требования техники безопасности

4.1 При выполнении определения необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.2 Помещение, в котором проводят работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу с растворителями необходимо проводить в вытяжном шкафу.

4.3 При работе с концентрированными кислотами и щелочами необходимо использовать резиновые перчатки.

5 Отбор и подготовка проб к анализу

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

5.2 Подготовка пробы к анализу — по ГОСТ Р 51419.

6 Определение оксикислот

Метод основан на нерастворимости оксикислот в петролейном эфире. Оксикислоты определяют путем взвешивания после их очистки от гидролизованного жира петролейным эфиром и высушивания до постоянной массы.

6.1 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемых абсолютных погрешностей однократного взвешивания не более $\pm 0,0001$ и не более $\pm 0,01$ г.

Мельница лабораторная, обеспечивающая размол испытуемого продукта до крупности менее 1 мм.

Сито лабораторное с отверстиями диаметром 1 мм.

Колбы конические с пришлифованными пробками Кн-1-100(250)-14/23(29/32) ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-25(30, 50, 100) по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 1(2)-2-1(10, 25) по ГОСТ 29169.

Воронки лабораторные В-56(100)-80(150, 200) ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-3-250 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник обратимый ХСВО-10-14/23(19/26) ХС по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Тигли по ГОСТ 9147.

Щипцы для тиглей муфельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-400 ТС по ГОСТ 25336.

Печь муфельная.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 0 °С до 110 °С с абсолютной погрешностью ± 2 °С.

Холодильник бытовой.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры «красная лента».

Палочки стеклянные.

Эфир диэтиловый фармакопейный.

Эфир петролейный марки 40/70.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652, с массовой долей 96 %.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, насыщенный водный раствор.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор молярной концентрации с (КОН) = $= 2$ моль/дм³ (2 н).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, о.с.ч., раствор с массовой долей 10 %.

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

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н).

Натрий сернистый, безводный по ГОСТ 4166, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

П р и м е ч а н и е — Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных.

6.2 Подготовка к анализу

6.2.1 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия молярной концентрации с(КОН) = 2 моль/дм³ (2 н)

Навеску гидроокиси калия массой 112,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения не ограничен в плотно закрытой емкости.

6.2.2 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 %

Навеску индикатора массой 1,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Срок хранения не ограничен в плотно закрытой емкости.

6.2.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

1 г растворимого крахмала помещают в стакан вместимостью 400 см³ и приливают 90 см³ дистиллированной воды. Стакан ставят на плитку, нагревают до кипения при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин. После этого раствор крахмала переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

6.2.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н)

Навеску тиосульфата натрия массой 2,48 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла. Срок хранения не ограничен.

6.2.5 Приготовление насыщенного водного раствора йодистого калия

5,0—5,5 г йодистого калия растворяют в 10 см³ дистиллированной воды. Раствор йодистого калия хранят в емкости из темного стекла не более шести месяцев. Перед использованием его обязательно

проверяют. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 30 см³ раствора уксусной кислоты и хлороформа в соотношении 3:2, добавляют 1 см³ насыщенного водного раствора йодистого калия. Содержимое колбы энергично взбалтывают и сразу прибавляют 100 см³ дистиллированной воды и 1 см³ раствора крахмала (см. 6.2.3). Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 0,07 см³ раствора тиосульфата натрия (см. 6.2.4), то насыщенный водный раствор йодистого калия использовать нельзя. Следует приготовить свежий раствор.

6.2.6 Проверка наличия перекисей в диэтиловом и петролейном эфирах

25 см³ эфира вносят в коническую колбу вместимостью 100 см³. Добавляют 1 см³ насыщенного раствора йодистого калия (см. 6.2.5), 10 см³ ледяной уксусной кислоты, встряхивают содержимое колбы и ставят на 10 мин в темное место.

Появление по истечении времени желтой окраски раствора указывает на наличие перекисей.

6.2.7 Очистка диэтилового и петролейного эфиров от перекисей

В склянку с эфиром вносят 10—20 г гидроокиси калия, встряхивают и ставят в темное место на одни сутки. Перед использованием эфир проверяют на наличие перекисей по 6.2.6.

6.2.8 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % — по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Условия проведения анализа

6.3.1.1 Диэтиловый и петролейный эфиры не должны содержать перекиси.

Проверку эфиров на наличие перекисей проводят по 6.2.6, очистку эфиров, при необходимости — по 6.2.7.

6.3.1.2 Измерения проводят при рассеянном дневном свете или искусственном освещении.

6.3.1.3 Пришлифованные стеклянные поверхности не следует смазывать.

6.3.1.4 Для определения оксикислот требуется не менее 1,0 г липидов (при меньшем количестве возрастает погрешность определения).

Навеску исследуемого продукта для получения необходимого количества X , г, липидов вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_3}, \quad (1)$$

где m_1 — масса липидов, необходимая для анализа, г;

m_2 — масса испытуемого продукта, г;

m_3 — содержание сырого жира в испытуемом продукте, г.

Пример — Поступила на анализ проба белково-витаминно-минерального концентрата массой 2000 г с содержанием сырого жира 5 %. Следовательно, содержание сырого жира в испытуемой пробе равно 100 г. Масса навески концентрата для определения оксикислот будет равна:

$$\frac{1,0 \cdot 2000}{100} = 20 \text{ г.}$$

6.3.1.5 Определение содержания сырого жира в испытуемой пробе — по ГОСТ 13496.15.

6.3.2 Выполнение измерений

6.3.2.1 Экстракция липидов

Навеску испытуемого продукта, измельченную на лабораторной мельнице до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм и рассчитанную по 6.3.1.4 (20 г), взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,01$ г и помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см³. Добавляют равное количество (20 г) сернистого натрия, тщательно перемешивают и заливают двойным количеством (80 см³) хлороформа или диэтилового эфира. Колбу с содержимым оставляют в холодильнике на 4 ч, периодически встряхивая.

По истечении указанного времени содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в предварительно высушенную до постоянной массы выпарительную чашку. Для полной экстракции навеску испытуемого продукта после фильтрации промывают диэтиловым эфиром, сливая промывной раствор в ту же выпарительную чашку. Завершение экстракции липидов контролируют фильтровальной бумагой путем смачивания вытекающей капли. При отсутствии на фильтровальной бумаге жирового пятна экстракцию считают законченной.

После этого выпарительную чашку ставят на водяную баню и выпаривают эфир при температуре $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ до полного удаления запаха. Оставшиеся липиды высушивают в сушильном шкафу при температуре $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постоянной массы. Чашку с липидами взвешивают с записью результатов до второго десятичного знака.

6.3.2.2 Определение оксикислот

Полученные по 6.3.2.1 липиды количественно переносят 50 см^3 спиртового раствора гидроксида калия (см. 6.2.1) в коническую колбу вместимостью 250 см^3 . К колбе присоединяют обратимый холодильник, ставят ее в водяную баню и омыляют липиды в течение 1 ч при температуре от 90°C до 100°C . Затем холодильник отсоединяют и при этой же температуре удаляют спирт до полного исчезновения запаха. После этого колбу вынимают из водяной бани, приливают 30 см^3 горячей дистиллированной воды и омыленный раствор переносят в делительную воронку, тщательно промывая колбу небольшими порциями горячей дистиллированной воды. В воронку вносят несколько капель фенолфталеина и разлагают мыло при сильном встряхивании горячей соляной кислотой (см. 6.2.8), которую прибавляют в небольшом избытке, устанавливая это по изменению окраски фенолфталеина.

После охлаждения в воронку при перемешивании содержимого круговыми движениями медленно тонкой струей приливают 50 см^3 петролейного эфира. Для предупреждения образования комочков оксикислот воронку встряхивают несколько раз и оставляют на 12—14 ч.

Во время отстаивания из раствора выпадают в виде хлопьев нерастворимые в петролейном эфире оксикислоты, которые сосредотачиваются на границе разделения эфирного раствора и водного кислого слоя. Кислый водный слой спускают из воронки, а петролейный экстракт фильтруют через бумажный фильтр. Делительную воронку и фильтр тщательно промывают петролейным эфиром до полного удаления неокисленных жирных кислот. О полноте промывки судят по отсутствию жирного пятна на фильтровальной бумаге.

Нерастворимые в петролейном эфире оксикислоты, оставшиеся на стенках делительной воронки и на фильтре, растворяют порциями горячего этилового спирта. Спиртовой раствор пропускают через тот же фильтр в другую колбу и концентрируют на водяной бане до небольшого объема. Остаток количественно переносят в предварительно прокаленный тигель небольшими порциями диэтилового эфира. Эфир выпаривают и тигель с содержимым (оксикислоты и минеральные соли) высушивают в сушильном шкафу при температуре $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, которую учитывают после охлаждения в эксикаторе. Затем тигель с содержимым прокалывают в муфельной печи при температуре 600°C до постоянной массы (а). После охлаждения тигель с минеральными солями взвешивают (б).

Взвешивание в обоих случаях проводят с погрешностью не более $\pm 0,002\text{ г}$.

6.4 Обработка результатов анализа

6.4.1 Массу выделенных липидов m_n , г, вычисляют по формуле

$$m_n = m - m_0, \quad (2)$$

где m — масса выпарительной чашки с липидами, г;

m_0 — масса выпарительной пустой чашки, г.

Вычисление массы выделенных липидов m_n проводят до второго десятичного знака.

6.4.2 Содержание оксикислот, свободных от минеральных солей, X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - b) \cdot 100}{m_n}, \quad (3)$$

где a — масса тигля с оксикислотами и минеральными солями, г;

b — масса тигля с минеральными солями, г;

100 — пересчет в проценты;

m_n — масса выделенных липидов, г.

6.4.3 Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

6.4.4 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — значение предела повторяемости, % (см. раздел 8).

7 Контроль точности результатов измерений

Границы относительной погрешности измерений количества оксикислот (δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет $\pm 13\%$.

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений (предел повторяемости r), полученными в условиях повторяемости, и абсолютное расхождение между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости (предел воспроизводимости R) при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должны превышать следующих значений:

$$r = 0,1 \cdot \bar{X}, \quad (5)$$

где \bar{X} — среднеарифметическое значение, полученное в условиях повторяемости, %;

$$R = 0,12 \cdot \bar{X}, \quad (6)$$

где \bar{X} — среднеарифметическое значение, полученное в условиях воспроизводимости, %.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости r , то анализ повторяют, начиная со взятия навески испытуемой пробы.

Если расхождение между результатами параллельных определений вновь превышает предел повторяемости r , выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов анализа.

8 Оформление результатов измерений

Результат измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

$$\bar{X} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \quad (7)$$

где \bar{X} — среднеарифметическое значение содержания оксикислот, признанное приемлемым (см. 7.4.4), %;

δ — границы относительной погрешности определения содержания оксикислот, $\pm 13\%$ (см. раздел 4).

 УДК 636.087.07:006.354

ОКС 65.120

C19

ОКП 92 9630

Ключевые слова: комбикорм, белково-витаминно-минеральный концентрат, метод, липиды, экстракция, омыление, оксикислоты

Редактор Л.В. Коретникова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор Т.И. Каноненко
Компьютерная верстка В.И. Грищенко

Сдано в набор 03.03.2011. Подписано в печать 21.03.2011. Формат 60х84^{1/8}. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 131 экз. Зак. 170.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.