

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**КОРМА, КОМБИКОРМА,
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

**Определение массовой доли
водорастворимых хлоридов**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № М98 42002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 576-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6495—99 «Корма для животных. Определение содержания водорастворимых хлоридов», за исключением 2, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5 и 6

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли водорастворимых хлоридов

Feeds, mixed feeds, raw material.
Determination of water-soluble chlorides content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов и комбикормового сырья и устанавливает метод определения массовой доли водорастворимых хлоридов. Результаты пересчитывают на хлористый натрий.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0—80* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытываемых проб

ИСО 3696—88** Вода для аналитических лабораторных исследований. Спецификация и методы испытания

3 Сущность метода

Хлориды экстрагируют из испытуемой пробы водой. Если испытуемая проба содержит органическое вещество, проводят осветление экстракта. Экстракт подкисляют азотной кислотой и хлориды осаждают титрованным раствором азотнокислого серебра, избыток которого определяют титрованием раствором роданистого аммония или калия.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

4.1 Вода, не менее 3-ей степени чистоты по ИСО 3696.

4.2 Ацетон.

4.3 *n*-гексан.

4.4 Азотная кислота плотности 1,38 г/см³.

4.5 Активированный уголь, свободный от хлоридов и не поглощающий их.

4.6 Железо (III) аммонийные квасцы, насыщенный раствор. Готовят из $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

4.7 Раствор Карреца I

10,6 г 3-водного железистосинеродистого калия $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят до 100 см³ водой.

4.8 Раствор Карреца II

21,9 г 2-водного уксуснокислого цинка $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в дистиллированной воде и добавляют 3 см³ ледяной уксусной кислоты. Объем раствора доводят до 100 см³ водой.

* Действует до введения ГОСТ Р, разработанного на основе ИСО 6497 [1].

** Оригинал ИСО находится по ВНИИКИ Госстандарта России.

4.9 Роданистый аммоний или калий

Готовят из стандарт-титра $c(\text{NH}_4\text{SCN})$ или $c(\text{KSCN}) = 0,1$ моль/дм³.

4.10 Азотнокислое серебро

Готовят из стандарт-титра, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³.

5 Средства контроля

Используют обычную лабораторную аппаратуру.

5.1 Роторный встряхиватель частотой вращения от 35 до 40 об/мин.

5.2 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 200 и 500 см³ и допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,2$ %.

5.3 Пипетки вместимостью 5,25 см³ и допускаемой относительной погрешностью ± 1 %.

5.4 Бюретки вместимостью 25 см³ допускаемой относительной погрешностью ± 1 %.

5.5 Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

Важно, чтобы в лабораторию поступила проба действительно представительная и без повреждений или изменений при транспортировке или хранении.

7 Подготовка испытуемых проб

Подготовка проб к анализу — по ГОСТ Р 51419.

8 Проведение испытания**8.1 Выбор способа приготовления испытуемого раствора**

Если испытуемая проба не содержит органическое вещество, поступают по 8.2. Если испытуемая проба содержит органическое вещество, поступают в соответствии с 8.3, за исключением проб кормовых средств, подвергшихся тепловой обработке, льняных жмыха и муки, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидными веществами (например, декстринизированный крахмал). В этом случае поступают в соответствии с 8.4.

8.2 Приготовление испытуемого раствора при анализе проб, не содержащих органическое вещество

Взвешивают на весах 2-го класса точности навеску пробы массой не более 10 г с предполагаемым содержанием хлоридов не более 3 г. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³. В колбу приливают 400 см³ воды температурой около 20 °С.

Колбу встряхивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, объем раствора в колбе доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1), перемешивают и фильтруют.

Далее поступают в соответствии с 8.5.

8.3 Приготовление испытуемого раствора при анализе проб, содержащих органическое вещество, за исключением продуктов, перечисленных в 8.4

Навеску испытуемой пробы массой около 5 г, взвешенную на весах 2-го класса точности, и 1 г активированного угля помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³. В колбу приливают 400 см³ воды температурой около 20 °С и 5 см³ раствора Каррета I, перемешивают, затем добавляют 5 см³ раствора Каррета II. Перемешивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1), перемешивают и фильтруют.

Далее поступают в соответствии с 8.5.

8.4 Подвергшиеся тепловой обработке кормовые средства, льняные жмыхи и мука, продукты, содержащие льняную муку, и другие продукты, богатые растительной слизью или коллоидными веществами (например, декстринизированный крахмал)

Навеску испытуемой пробы массой около 5 г, взвешенную на весах 2-го класса точности, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³. Добавляют 1 г активированного угля, приливают 400 см³ воды температурой около 20 °С и 5 см³ раствора Каррета I, перемешивают, затем добавляют 5 см³ раствора Каррета II. Перемешивают на роторном встряхивателе в течение 30 мин, доводят до метки водой (получают экстракт объемом V_1) и перемешивают. Декантируют (если необходимо,

центрифугируют). При помощи пипетки 100 см³ жидкости переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Приливают в колбу ацетон и им же объем раствора доводят до метки, перемешивают и фильтруют.

8.5 Титрование

В зависимости от предполагаемого содержания хлоридов от 25 до 100 см³ (объем V_0) испытуемого раствора пипеткой переносят в коническую колбу. Отобранная аликвота должна содержать не более 150 мг хлоридов. Объем раствора в колбе, если это требуется, доводят до 50 см³ водой, приливают 5 см³ азотной кислоты, 2 см³ насыщенного раствора железа (III) — аммонийных квасцов и две капли раствора роданистого аммония или калия из бюретки, заполненной до нулевой отметки (оставшийся в бюретке раствор в дальнейшем используют для титрования избытка азотнокислого серебра).

Из бюретки в колбу приливают раствор азотнокислого серебра до исчезновения красновато-коричневого цвета, затем добавляют еще 5 см³ избытка (конечный объем V_{s1}). Колбу энергично встряхивают, чтобы коагулировать осадок. Если необходимо, для лучшей коагуляции можно добавить 5 см³ *n*-гексана. Избыток азотнокислого серебра титруют раствором роданистого аммония или калия до появления красновато-коричневого цвета раствора, не исчезающего в течение 30 с (конечный объем V_{t1}).

8.6 Холостой опыт

Одновременно с анализом испытуемой пробы проводят холостой опыт, используя те же процедуры и те же реактивы, но опустив взятие навески испытуемой пробы.

Анализируют две навески испытуемой пробы.

9 Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых хлоридов в испытуемой пробе X , %, выраженную в виде хлористого натрия, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M[(V_{s1} - V_{s0})c_s - (V_{t1} - V_{t0})c_t]}{m} \times \frac{V_i}{V_a} \times f \times 100, \quad (1)$$

где M — молярная масса хлористого натрия, г/моль ($M = 58,44$ г/моль);

V_{s1} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленного при титровании испытуемого раствора, см³;

V_{s0} — объем раствора азотнокислого серебра, добавленного при титровании раствора в холостом опыте, см³;

c_s — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³;

V_{t1} — использованный объем раствора роданистого аммония или калия для титрования испытуемого раствора, см³;

V_{t0} — использованный объем раствора роданистого аммония или калия для титрования в холостом опыте, см³;

c_t — молярная концентрация раствора роданистого аммония или калия, моль/дм³;

m — масса навески, мг;

V_i — объем испытуемого раствора, приготовленного по 8.2, 8.3 и 8.4, см³ ($V_i = 500$ см³);

f — фактор разбавления ($f = 2$ — для подвергшихся тепловой обработке кормовых средств, льняных жмыха и муки, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидными веществами; $f = 1$ — для других кормов).

Результаты выражают с точностью до:

0,05 % хлористого натрия при его массовой доле менее 1,5 %;

0,1 % хлористого натрия при массовой доле более или равной 1,5 %.

10 Точность

10.1 Межлабораторный опыт

Результаты межлабораторного опыта по определению точности метода обобщены в приложении А. Данные, полученные в этом межлабораторном опыте, неприменимы для других диапазонов концентрации и другой матрицы, чем приведенные в приложении А.

10.2 Сходимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании

одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в той же лаборатории тем же оператором при использовании того же оборудования за короткий промежуток времени, в более чем 5 % случаев не должна превышать норматив сходимости r , %, вычисляемый по формуле

$$r = 0,134(w_{wc})^{0,521}, \quad (2)$$

где w_{wc} — среднеарифметическое значение двух единичных результатов испытания.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, в более чем 5 % случаев не должна превышать норматив воспроизводимости R , %, вычисляемый по формуле

$$R = 0,552 + 0,135 w_{wc}, \quad (3)$$

где w_{wc} — среднеарифметическое значение двух единичных результатов испытания.

11 Протокол испытания

- Протокол испытания должен содержать:
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- метод отбора пробы, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все процедуры, не устанавливаемые настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, и любые факторы, которые могли влиять на результаты испытания;
- полученный результат испытания или,
- если контролировалась сходимость, конечный полученный результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Результаты межлабораторного опыта

Межлабораторный опыт организован ИСО/ТК34/ПК10 «Корма для животных» в 1987 г. В этом опыте участвовало 24 лаборатории; исследовались образцы корма из клейковины зерна, комбикорма, рыбной муки, комбикормового концентрата (два вида), премикса и дрожжей.

Т а б л и ц а А.1 - Статистические результаты межлабораторного опыта

| Параметр | Рыбная мука | Корм из клейковины зерна | Дрожжи | Премикс | Комби-кормовый концентрат | Комби-кормовый концентрат | Комби-корм |
|--|-------------|--------------------------|--------|---------|---------------------------|---------------------------|------------|
| Количество лабораторий, оставшихся после исключения аномальных результатов | 23 | 23 | 23 | 23 | 23 | 23 | 23 |
| Среднее значение содержания хлоридов в сухом веществе, % | 3,22 | 0,105 | 1,56 | 14,1 | 3,56 | 2,54 | 1,07 |
| Среднеквадратическое отклонение сходимости S_r , % | 0,11 | 0,018 | 0,05 | 0,20 | 0,10 | 0,08 | 0,03 |
| Относительное среднеквадратическое отклонение сходимости, % | 3,5 | 17,2 | 3,5 | 1,4 | 2,9 | 3,0 | 2,9 |
| Значение норматива сходимости r ($r = 2,8 S_r$), % | 0,308 | 0,050 | 0,140 | 0,560 | 0,280 | 0,224 | 0,084 |
| Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости S_R , % | 0,22 | 0,22 | 0,37 | 0,88 | 0,50 | 0,30 | 0,16 |
| Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, % | 7 | 210 | 24 | 6 | 14 | 12 | 15 |
| Значение норматива воспроизводимости R ($R = 2,8 S_R$), % | 0,616 | 0,616 | 1,036 | 2,464 | 1,400 | 0,840 | 0,448 |

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное)

Библиография

- [1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

ОКС 65.120

С19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: корма, водорастворимые хлориды, хлористый натрий, массовая доля, азотнокислое серебро, титрование