

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 6495-1—
2017

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания водорастворимых хлоридов

Часть 1

Титриметрический метод

(ISO 6495-1:2015, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2017

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кормов имени В.Р. Вильямса» (ФГБНУ «ВНИИ кормов им. В.Р. Вильямса») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен ФГБНУ «ВНИИ кормов им. В.Р. Вильямса»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2017 г. № 100-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2017 г. № 1354-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6495-1—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6495-1:2015 «Корма для животных. Определение содержания водорастворимых хлоридов. Часть 1. Титриметрический метод» («Animal feeding stuffs — Determination of water-soluble chlorides content — Part 1: Titrimetric method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 10 «Корма для животных» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектом патентных прав

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания водорастворимых хлоридов

Часть 1

Титриметрический метод

Animal feeding stuffs. Determination of water-soluble chlorides content. Part 1. Titrimetric method

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящая часть стандарта устанавливает метод определения содержания водорастворимых хлоридов в кормах для животных. Результаты пересчитывают на хлористый натрий. Данный метод может быть использован для анализа кормов для животных, содержащих водорастворимые хлориды, в пересчете на хлористый натрий в количестве 0,05 %.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. Для недатированных ссылок используется последнее издание документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 3696, Water for analytical use — Specification and test methods (Вода для лабораторных анализов. Технические условия и методы испытаний)

ISO 6497, Animal feeding stuffs — Sampling (Корма для животных. Отбор проб)

ISO 6498, Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation (Корма для животных. Руководящие указания по приготовлению проб для испытания)

3 Сущность метода

Хлориды, содержащиеся в анализируемой пробе, растворяют в воде. Если проба содержит органическое вещество, раствор осветляют. Затем раствор подкисляют азотной кислотой и хлориды осаждают в виде хлористого серебра титрованным раствором азотнокислого серебра. Избыток азотнокислого серебра определяют титрованием титрованным раствором тиоционата аммония по методу Фольгарда.

4 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты.

4.1 Вода, не менее 3-й степени чистоты по ISO 3696.

4.2 Ацетон.

4.3 *n*-гексан.

4.4 Азотная кислота массовой концентрации $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,38 \text{ г/см}^3$.

4.5 Разбавленная азотная кислота объемной концентрации $\rho(\text{HNO}_3) = 2 \text{ \%}$. 20 см³ азотной кислоты (см. 4.4) разбавляют водой (см. 4.1) до 1000 см³.

4.6 Водный раствор хромовокислого калия массовой концентрации $\rho(\text{K}_2\text{CrO}_4) = 5\%$.

4.7 Железо (III)-аммонийные квасцы, насыщенный раствор. Для его приготовления $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в воде (см. 4.1) до насыщения. Требуется приблизительно 125 г железно (III)-аммонийных квасцов на 100 см³ воды.

4.8 Активированный уголь, не содержащий хлориды и не обладающий способностью поглощать хлориды.

4.9 Раствор Карреза 1

10,6 г трехводного железистосинеродистого калия $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в воде (см. 4.1). Доводят объем раствора до 100 см³ водой (см. 4.1).

4.10 Раствор Карреза 2

21,9 г двуводного уксуснокислого цинка $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в воде (см. 4.1), добавляют 3 см³ ледяной уксусной кислоты. Доводят объем раствора до 100 см³ водой (см. 4.1).

4.11 Натрий хлористый, стандартный титрованный раствор, $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/дм³. Молярность стандартного титрованного раствора должна быть известна с точностью 0,0001 моль/дм³.

Около 20 г тонкоизмельченного хлористого натрия тонким слоем помещают на часовое стекло. Высушивают при температуре 250 °С в течение от 1 до 2 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают 5,8 г с точностью 0,0001 г (m) и растворяют в воде (см. 4.1). Объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 дм³ доводят до метки водой (см. 4.1) и тщательно перемешивают.

Концентрацию стандартного раствора хлористого натрия вычисляют по формуле (1)

$$c_{\text{NaCl}} = \frac{m}{58,44}, \quad (1)$$

где c_{NaCl} — концентрация стандартного раствора хлористого натрия, моль/дм³;

m — масса хлористого натрия, г.

4.12 Азотнокислое серебро, стандартный титрованный раствор, $c_s = 0,1$ моль/дм³

Молярность стандартного титрованного раствора должна быть известна с точностью 0,0001 моль/дм³. Параллельные титрования должны быть в пределах $\pm 0,1$ см³.

Около 20 г тонкоизмельченного азотнокислого серебра помещают тонким слоем на часовое стекло. Высушивают при температуре 80 °С в течение от 2 до 3 ч. Охлаждают в эксикаторе, взвешивают 17,0 г и растворяют в воде (см. 4.1). Объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 см³ доводят до метки водой (см. 4.1) и тщательно перемешивают.

20 см³ стандартного раствора хлористого натрия (см. 4.11) пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 200 см³. В колбу добавляют 1 см³ раствора хромовокислого калия (см. 4.6) и титруют при энергичном встряхивании раствором азотнокислого серебра (4.12) до красновато-коричневого цвета раствора, не исчезающего в течение 30 с.

Концентрацию стандартного раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле (2)

$$c_s = \frac{20 \cdot c_{\text{NaCl}}}{V_s}, \quad (2)$$

где c_s — концентрация стандартного раствора азотнокислого серебра (см. 4.12), моль/дм³;

c_{NaCl} — концентрация стандартного раствора хлористого натрия (см. 4.11), моль/дм³;

V_s — объем стандартного раствора азотнокислого серебра, пошедший на титрование, см³.

4.13 Роданистый аммоний или роданистый калий, стандартный титрованный раствор, $c_t = 0,1$ моль/дм³. Молярность стандартного титрованного раствора должна быть известна с точностью 0,0001 моль/дм³, и параллельные титрования должны быть в пределах $\pm 0,1$ см³.

Взвешивают 7,6 г роданистого аммония или 9,7 г роданистого калия и растворяют в воде (см. 4.1). Объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 дм³ доводят до метки водой (см. 4.1) и тщательно перемешивают.

20 см³ стандартного раствора азотнокислого серебра (см. 4.12) пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 200 см³. В колбу добавляют 10 см³ разбавленной азотной кислоты (см. 4.5) и 2 см³ насыщенного раствора железно аммонийных квасцов (см. 4.7). Титруют при энергичном встряхивании стандартным раствором роданистого аммония или калия до красновато-коричневого цвета раствора, не исчезающего в течение 30 с.

Концентрацию стандартного раствора роданистого аммония или калия вычисляют по формуле (3)

$$c_t = \frac{20 \cdot c_s}{V_t}, \quad (3)$$

где c_t — концентрация стандартного раствора роданистого аммония или калия (см. 4.13), моль/дм³;
 c_s — концентрация стандартного раствора азотнокислого серебра, моль/дм³;
 V_t — объем роданистого аммония или калия (см. 4.13), пошедший на титрование, см³.

5 Оборудование, посуда и вспомогательные материалы

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

- 5.1 Ротационный шейкер с частотой вращения от 35 мин^{−1} до 40 мин^{−1}.
- 5.2 Мерные колбы класса А вместимостью 200 см³, 500 см³ и 1000 см³.
- 5.3 Пипетки класса А требующихся емкостей.
- 5.4 Бюретки класса А требующихся емкостей.
- 5.5 Весы аналитические с точностью взвешивания 0,0001 г.
- 5.6 Фильтровальная бумага необходимой плотности.

6 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящей части стандарта. Рекомендуемый метод отбора проб описан в ISO 6497.

В лабораторию должна быть прислана репрезентативная проба. Она не должна быть повреждена или изменена при перевозке или хранении.

7 Подготовка проб для анализа

Пробу для анализа готовят в соответствии с ISO 6498.

Представительную часть лабораторной пробы (обычно 500 г) массой от 100 до 150 г размалывают до полного прохода через сито с размером отверстий 1 мм. Тщательно перемешивают.

8 Проведение испытания

8.1 Приготовление анализируемого раствора

8.1.1 Общее

Если анализируемая проба не содержит органическое вещество, анализ выполняют по 8.1.2.

Если анализируемая проба содержит органическое вещество, анализ выполняют по 8.1.3, за исключением проб кормов, подвергшихся тепловой обработке, льняного жмыха, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидальными веществами (например, декстринированный крахмал). В этом случае анализ проводят по 8.1.4.

8.1.2 Приготовление анализируемого раствора проб, не содержащих органическое вещество

Взвешивают с точностью 0,0001 г не более 10 г анализируемой пробы (раздел 7), содержащей не более 3 г хлоридов. Помещают в мерную колбу вместимостью 500 дм³ (см. 5.2), добавляют около 400 дм³ воды (см. 4.1) при температуре 20 °С.

Колбу встряхивают на ротационном шейкере (см. 5.1) в течение 30 мин, объем раствора в колбе доводят до метки водой (см. 4.1), перемешивают и фильтруют через фильтровальную бумагу (5.6).

Далее анализ проводят по 8.2.

8.1.3 Приготовление анализируемого раствора проб, содержащих органическое вещество, за исключением продуктов, перечисленных в 8.1.4

Взвешивают с точностью 0,0001 г около 5 г анализируемой пробы (раздел 7), содержащей не более 3 г хлоридов. Помещают в мерную колбу вместимостью 500 дм³ (см. 5.2). Добавляют 1 г активированного угля (см. 4.8), около 400 дм³ воды (см. 4.1) при температуре 20 °С, 5 см³ раствора Карреза I (см. 4.9). Перемешивают, затем добавляют 5 см³ раствора Карреза II (см. 4.10).

Колбу встряхивают на ротационном шейкере (см. 5.1) в течение 30 мин, объем раствора в колбе доводят до метки водой (см. 4.1), перемешивают и фильтруют через фильтровальную бумагу (5.6).

Далее анализ проводят по 8.2.

8.1.4 Кормовые средства, подвергшиеся тепловой обработке, льняные жмых и мука, продукты, содержащие льняную муку, и другие продукты, богатые растительной слизью или коллоидальными веществами

Взвешивают с точностью 0,0001 г около 5 г анализируемой пробы (раздел 7), содержащей не более 3 г хлоридов. Помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ (см. 5.2). Добавляют 1 г активированного угля (см. 4.8), около 400 см³ воды (см. 4.1) при температуре 20 °С, 5 см³ раствора Карреза I (см. 4.9). Перемешивают, затем добавляют 5 см³ раствора Карреза II (см. 4.10).

Колбу встряхивают на ротационном шейкере (см. 5.1) в течение 30 мин, объем раствора в колбе доводят до метки водой (см. 4.1), затем перемешивают.

После настаивания раствор декантируют (если необходимо, центрифугируют) и 100 см³ надосадочной жидкости пипеткой (см. 5.3) переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ (см. 5.2).

Объем раствора доводят до метки ацетоном (см. 4.2), перемешивают и фильтруют через фильтровальную бумагу (см. 5.6).

Далее анализ проводят по 8.2.

8.2 Титрование

От 25 до 100 см³ (V_a) фильтрата пипеткой (см. 5.3) переносят в коническую колбу. Отобранный объем фильтрата не должен содержать более 150 мг хлоридов. Раствор в колбе разбавляют водой до объема не более 100 см³. Добавляют 5 см³ разбавленной азотной кислоты (см. 4.5), 2 см³ насыщенного раствора железа (III) — аммонийных квасцов (см. 4.7) и 2 капли стандартного раствора роданистого аммония или калия (см. 4.13) из бюретки (см. 5.4), заполненной до нулевой отметки.

Из другой бюретки при непрерывном встряхивании добавляют стандартный раствор азотнокислого серебра до исчезновения красновато-коричневой окраски, затем добавляют еще 5 см³ избытка стандартного раствора азотнокислого серебра (общий объем $\text{AgNO}_3 = V_{s1}$). Колбу энергично встряхивают, чтобы вызвать коагуляцию осадка. Для лучшей коагуляции можно добавить 5 см³ *n*-гексана (см. 4.3).

Избыток стандартного раствора азотнокислого серебра (см. 4.12) титруют из бюретки (см. 5.4) стандартным раствором роданистого аммония или калия до красновато-коричневого цвета раствора, не исчезающего в течение 30 с (общий объем, включая 2 капли = V_{t1}).

8.3 Холостая проба

Одновременно с анализируемой пробой выполняют холодное определение, которое включает все стадии анализа и те же реактивы, кроме взятия навески анализируемой пробы в колбу.

9 Обработка результатов

Содержание водорастворимых хлоридов, выраженное как хлористый натрий, вычисляют по формуле (4)

$$W_{wc} = \frac{M[(V_{s1} - V_{s0})c_s - (V_{t1} - V_{t0})c_t]}{w} \cdot \frac{V_i}{V_a} \cdot F \cdot 100, \quad (4)$$

где W_{wc} — содержание водорастворимых хлоридов в пересчете на массовую долю хлористого натрия, %;

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

V_{s1} — объем раствора азотнокислого серебра, использованный для титрования анализируемого раствора (см. 8.2), см³;

V_{s0} — объем раствора азотнокислого серебра, использованный для титрования раствора холостой пробы (см. 8.3), см³;

c_s — концентрация раствора азотнокислого серебра (см. 4.12), моль/дм³;

V_{t1} — объем раствора роданистого аммония или калия, использованный для титрования анализируемого раствора (см. 8.2), см³;

V_{t0} — объем раствора роданистого аммония или калия, использованный для титрования раствора холостой пробы (8.3), см³;

c_t — концентрация раствора роданистого аммония или калия (см. 4.13), моль/дм³;

w — масса анализируемой пробы в 8.1.2, 8.1.3 и 8.1.4, мг;

V_i — объем анализируемого раствора, приготовленного в 8.1.2, 8.1.3 и 8.1.4 ($V_i = 500$), см³;

V_a — объем фильтрата, взятый для титрования (см. 8.2), см³;

F — коэффициент разбавления.

$F = 1$ для кормов, анализируемый раствор которых приготовлен по 8.1.2 и 8.1.3,

$F = 2$ для кормовых средств, подвергшихся тепловой обработке, льняных жмыха и муки, продуктов, содержащих льняную муку, и других продуктов, богатых растительной слизью или коллоидальными веществами (см. 8.1.4).

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные по результатам этих межлабораторных испытаний, нельзя применять к диапазонам концентрации и матрицам, отличающимся от приведенных.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом, на одной испытуемой пробе, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должно превышать более чем в 5 % случаев предел повторяемости (r), вычисленный по формуле (5):

$$r = 0,134(w_{wc})^{0,521}, \quad (5)$$

где r — предел повторяемости, массовая доля, %;

w_{wc} — среднее значение двух единичных результатов испытания, массовая доля, %.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом, на одной испытуемой пробе, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, не должно превышать более, чем в 5 % случаев относительный предел воспроизводимости (R), вычисленный по формуле (6)

$$R = 0,552 \% + 0,135 w_{wc}, \quad (6)$$

где R — предел воспроизводимости, массовая доля, %;

w_{wc} — среднее значение двух единичных результатов испытания, массовая доля, %.

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 настоящую часть стандарта;
- все процедуры, не устанавливаемые настоящей частью стандарта или рассматриваемые как необязательные, вместе с любыми факторами, которые могли влиять на результат испытания;
- полученный(ые) результат(ы) или, если контролировалась повторяемость, конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторное испытание было организовано ISO/TC 34/SC10 «Корма для животных» в 1987 г. и выполнялось в соответствии с [1]. Конечный статистический анализ проведен в соответствии с [3]. В испытании приняли участие 24 лаборатории.

Т а б л и ц а А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний (после устранения выбросов)

Параметр	Проба 1	Проба 2	Проба 3	Проба 4	Проба 5	Проба 6
Число лабораторий после устранения выбросов	22	21	21	22	21	22
Среднее значение, %	3,226	1,62	14,3	3,52	2,49	1,07
Стандартное отклонение повторяемости s_r , %	0,112	0,056	0,21	0,10	0,08	0,03
Коэффициент вариации повторяемости CV_r , %	3,5	3,5	1,46	2,92	3,11	2,9
Предел повторяемости r ($r = 2,8 \cdot s_r$), %	0,312	0,156	0,586	0,287	0,217	0,087
Значение критерия Horrat (Ho_r)	1,6	1,4	0,8	1,3	1,4	1,1
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R , %	0,22	0,27	0,55	0,406	0,192	0,16
Коэффициент вариации воспроизводимости CV_R , %	7	16	4	12	8	15
Предел воспроизводимости R ($R = 2,8 \cdot S_R$), %	0,612	0,744	1,537	1,138	0,537	0,443
Значение критерия Horrat (Ho_R)	2,0	4,4	1,4	3,5	2,2	3,7

Проба 1: Рыбная мука (8.1.3)

Проба 2: Дрожжи (8.1.3)

Проба 3: Премикс (8.1.2, 8.1.4)

Проба 4: Комбикормовый концентрат (8.1.4)

Проба 5: Комбикормовый концентрат (8.1.4)

Проба 7: Комбикорм (8.1.4)

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов
межгосударственным стандартам**

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013* «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
ISO 6497:2002	IDT	ГОСТ ISO 6497—2014 «Корма. Отбор проб»
ISO 6498:2012	IDT	ГОСТ ISO 6498—2014 «Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний»
<p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичные стандарты.</p>		

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Библиография

- [1] ISO 5725:1986* Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests [Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода испытания проведением межлабораторных испытаний]
- [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения]
- [3] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения]

*Этот документ был отозван [заменен ISO 5725 (все части)].

УДК 633.1001.4:006.354

МКС 65.120

IDT

Ключевые слова: корма, хлориды, титриметрический метод

БЗ 10—2017/200

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.10.2017. Подписано в печать 02.11.2017. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.

Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 2191.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru

info@gostinfo.ru