

**ДЕРЖАВНИЙ
СТАНДАРТ УКРАЇНИ**

**МІЖДЕРЖАВНИЙ
СТАНДАРТ**

**КОМБІКОРМИ.
КОМБІКОРМОВА СИРОВИНА**

**Методи визначення вмісту натрію
та хлориду натрію**

**ДСТУ 3782—98
(ГОСТ 13496.1—98)**

**КОМБИКОРМА.
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

**Методы определения содержания натрия
и хлорида натрия**

ГОСТ 13496.1—98

БЗ № 4—98/59

Видання офіційне

**ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
Київ**



ДСТУ 3782—98
(ГОСТ 13496.1—98)

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КОМБІКОРМИ. КОМБІКОРМОВА СИРОВИНА

Методи визначення вмісту натрію
та хлориду натрію

Видання офіційне

ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
Київ

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО Київським інститутом хлібопродуктів

ВНЕСЕНО Технічним комітетом по стандартизації «Зернові культури та продукти їх переробки» (ТК 41)

2 ЗАТВЕРДЖЕНО наказом Держстандарту України від 7 серпня 1998 р. № 595

ВВЕДЕНО В ДІЮ наказом Держстандарту України від 19 березня 1999 р. № 125

3 НА ЗАМІНУ ГОСТ 13496.1—89

4 РОЗРОБНИКИ: **В. І. Берестецький; Г. С. Головатюк**

© Держстандарт України, 1999

Цей стандарт не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований і розповсюджений як офіційне видання без дозволу Держстандарту України

ЗМІСТ

	с.
1 Галузь використання	1
2 Нормативні посилання	1
3 Методи відбору проб	2
4 Методи визначення вмісту натрію та хлориду натрію	2
4.1 Іонометричний метод визначення вмісту натрію та хлориду натрію (основний)	2
4.2 Іонометричний метод визначення вмісту хлоридів та хлориду натрію	5
4.3 Аргентометричний метод визначення вмісту хлоридів та хлориду натрію (арбітражний)	8
5 Оформлення результату аналізу	12
Додаток А Зразок форми запису результату аналізу	13

**ДСТУ 3782—98
(ГОСТ 13496.1—98)**

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КОМБІКОРМИ. КОМБІКОРМОВА СИРОВИНА

**Методи визначення вмісту натрію
та хлориду натрію**

КОМБИКОРМА. КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

**Методы определения содержания натрия
и хлорида натрия**

MIXED FODDER AND RAW MIXED FODDER

**Methods for sodium
and sodium chloride determination**

Чинний від 2000—01—01

1 ГАЛУЗЬ ВИКОРИСТАННЯ

Цей стандарт поширюється на комбікорми та комбікормову сировину і установлює методи визначення вмісту натрію та хлориду натрію.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті використано посилання на такі стандарти:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотно-кислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора).

Технические условия

ГОСТ 4217—77 Калий азотно-кислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4459—75 Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксусно-кислый 2-водный. Технические условия

- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
ГОСТ 13496.3—92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги
ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний
ГОСТ 17792—72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда
ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование стеклянные лабораторные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.

3 МЕТОДИ ВІДБОРУ ПРОБ

Відбір проб — згідно з ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681.

4 МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НАТРІЮ ТА ХЛОРИДУ НАТРІЮ

4.1 Іонометричний метод визначення вмісту натрію та хлориду натрію (основний)

4.1.1 Суть методу полягає в екстракції хлориду натрію, що міститься в пробі, буферним розчином гідроксиду кальцію та подальшому визначенні натрію методом добавок за допомогою скляного натрійселективного електроду ЭСЛ-51-07.

Вміст натрію перераховують на хлорид натрію.

Метод дозволяє визначати вміст натрію у комбикормах та комбикормовій сировині від 0,023 до 2,3 % і хлориду натрію — від 0,06 до 5,8 %.

4.1.2 Апаратура, матеріали та реактиви

Під час проведення аналізу застосовують:

- цифровий іономір типу И-130 М або інших марок з аналогічними параметрами; допускається використання стрілкових іономірів типу ЭВ-74 з дискретністю відліку ± 1 мВ;
- скляний натрійселективний електрод ЭСЛ-51-07;
- електрод порівняння хлорсрібний насичений зразковий 2-го розряду згідно з ГОСТ 17792;
- мішалку магнітну типу ММ-3;
- млинок лабораторний типу МРП або інших аналогічних марок;
- сито з отворами діаметром 1 мм;
- терези лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104;
- шафу сушильну з температурою нагрівання 120 °С;
- апарат для збовтування рідин у посудинах типу АВУ-6с або інших аналогічних марок;
- колби конічні місткістю 500 см³ згідно з ГОСТ 25336;

— колби мірні місткістю 1000, 200, 100 та 50 см³ виконань 1, 2 2-го класу точності згідно з ГОСТ 1770;

— стакани скляні місткістю 100 см³ згідно з ГОСТ 1770;

— піпетки місткістю 50; 20; 10; 5 та 1 см³ виконань 1; 2; 4; 5 2-го класу точності згідно з ГОСТ 29228;

— лійку скляну діаметром 6 см згідно з ГОСТ 25336;

— натрію хлорид згідно з ГОСТ 4233, х. ч.;

— кальцію гідроксид, стандарт-титр, рН 12,45;

— папір фільтрувальний згідно з ГОСТ 12026;

— воду дистильовану згідно з ГОСТ 6709.

4.1.3 Підготовка до проведення аналізу

4.1.3.1 Підготовка проб

З середньої проби комбікорму чи комбікормової сировини методом квартування (ГОСТ 13496.0) виділяють близько 100 г продукту, подрібнюють на лабораторному млинку та просіюють крізь сито з отворами діаметром 1 мм.

Підготовлені проби зберігають у скляному чи пластмасовому посуді з кришками у сухому місці.

4.1.3.2 Приготування розчинів

4.1.3.2.1 Буферний розчин гідроксиду кальцію рН 12,45 готують із стандарт-титру згідно з інструкцією, що додається до нього.

4.1.3.2.2 Приготування розчину для екстракції хлориду натрію

20 см³ буферного розчину гідроксиду кальцію (рН 12,45), приготовленого згідно з 4.1.3.2.1, переносять у мірну колбу місткістю 200 см³, доводять до мітки водою і старанно перемішують.

4.1.3.2.3 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³

Наважку хлориду натрію 2,9222 г, попередньо висушеного за температури 120 °С до сталої маси, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють, перемішуючи у дистильованій воді, і доводять до мітки. Вміст колби ретельно перемішують.

4.1.3.2.4 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³

10 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доводять до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують.

4.1.3.2.5 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³

2 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять до мітки дистильованою водою. Вміст колби ретельно перемішують.

4.1.3.3 Підготовка індикаторного натрійселективного електроду ЭСЛ-51-07

Перед аналізом кожної проби електрод упродовж 10 хв витримують, перемішуючи у дистильованій воді з її дворазовою зміною, а потім упродовж 5 хв у розчині хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³.

Після проведення аналізу електродну пару ретельно промивають дистильованою водою та протирають фільтрувальним папером.

4.1.4 Порядок проведення аналізу

Наважку проби масою близько 0,6; 6,0 та 30,0 г (за очікуваного вмісту хлориду натрію відповідно 3,0; 1,0 та 0,1 %) зважують із похибкою не більше 0,0002 г і переносять у конічну колбу місткістю 500 см³ із притертим корком. Додають 200 см³ розчину, приготовленого згідно з 4.1.3.2.2, і збовтують упродовж 10 хв.

5 см³ одержаної суспензії переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 0,5 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³, 5 см³ буферного розчину

гідроксиду кальцію і доводять водою до мітки. Розчин перемішують і кількісно переносять у перший стакан, куди опускають електродну пару та магнітну вертушку. Вимірюють е. р. с. ланцюга до постійного значення потенціалу E_1 .

Електродну пару опускають у другий стакан із 50 см³ одержаної суспензії і вимірюють е. р. с. ланцюга. Після встановлення постійного значення потенціалу E_2 до суспензії додають 0,5 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ і знову вимірюють е. р. с. до постійного значення потенціалу E_3 .

Одержані величини потенціалів E_1 , E_2 , E_3 фіксують у лабораторному журналі.

4.1.5 Обчислення результатів аналізу

Масову частку натрію X_1 , %, розраховують за формулою:

$$X_1 = \frac{2,2990}{(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1) \cdot m}, \quad (1)$$

де 2,2990 — вміст натрію у 200 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — зміна потенціалу, мВ;

$S = E_3 - E_1$ — крутість електродної функції, мВ/рNa⁺;

m — маса наважки, г.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

Результати заокруглюють до другого десяткового знаку за вмісту натрію більше 0,1 % і до третього — за його вмісту менше 0,1 %.

Масову частку натрію у сухій речовині X_2 , %, розраховують за формулою:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

де X_1 — вміст натрію у пробі, %;

W — вологість проби, %, визначена згідно з ГОСТ 13496.3.

Масову частку хлориду натрію у пробі X_3 , %, розраховують за формулою:

$$X_3 = 2,54 \cdot X_1, \quad (3)$$

де 2,54 — коефіцієнт перерахунку натрію на хлорид натрію.

Масову частку хлориду натрію у сухій речовині X_4 , %, розраховують за формулою:

$$X_4 = 2,54 \cdot X_2. \quad (4)$$

4.1.6 Показники точності аналізу

Допустимі розбіжності між результатами двох паралельних визначень $\alpha_{\text{вс.}}$ і між двома результатами, одержаними в різних лабораторіях $D_{\text{вс.}}$ за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинні перевищувати таких значень:

$$\alpha_{\text{вс.}} = 0,061 \cdot \bar{X} + 0,011, \quad (5)$$

$$D_{\text{абс.}} = 0,084 \cdot \bar{X} + 0,051, \quad (6)$$

де \bar{X} — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, %;
 \bar{X} — середнє арифметичне результатів двох визначень, виконаних у різних лабораторіях, %;
 0,061; 0,084; 0,011; 0,051 — коефіцієнти регресії.

Гранична похибка результату аналізу $\Delta_{\text{абс.}}$ за довірчої ймовірності $P = 0,95$ визначається за формулою:

$$\Delta_{\text{абс.}} = 0,05 \cdot \bar{X} + 0,03, \quad (7)$$

де 0,05; 0,03 — коефіцієнти регресії.

Допускається проведення аналізу без паралельних визначень за наявності в партії досліджуваних проб стандартних зразків. За результат дослідження приймають результат одиничного визначення, якщо різниця між відтвореним та атестованим значеннями вмісту натрію у стандартному зразку не перевищує такого значення:

$$\bar{D} = 0,059 \cdot X_{\text{ат.}} + 0,036, \quad (8)$$

де \bar{D} — допустиме відхилення середнього результату аналізу стандартного зразка від його атестованого значення, %;
 $X_{\text{ат.}}$ — атестоване значення вмісту натрію, взяте із свідоцтва, %;
 0,059; 0,036 — коефіцієнти регресії.

Контрольні аналізи зразків та аналіз стандартних зразків проводять у двох паралельних визначеннях.

4.2 Іонометричний метод визначення вмісту хлоридів та хлориду натрію

4.2.1 Суть методу полягає в екстракції хлоридів розчином азотної кислоти та подальшому їх визначенні методом добавок з використанням твердофазного хлоридселективного електроду типу ЭК.21.01.01.

Вміст хлоридів перераховують на хлорид натрію.

Метод дозволяє визначати масову частку хлоридів у комбікормах та комбікормовій сировині від 0,04 до 3,52 % і хлориду натрію — від 0,06 до 5,8 %.

4.2.2 Апаратура, матеріали та реактиви

Під час проведення аналізу застосовують:

- цифровий іономір типу И-130 М або інших марок з аналогічними параметрами; допускається використання стрілкових іономірів типу ЭВ-74 з дискретністю відліку ± 1 мВ;
- твердофазний хлоридселективний електрод типу ЭК 21.01.01;
- електрод порівняння хлорсрібний насичений зразковий 2-го розряду згідно з ГОСТ 17792;
- ключ електролітичний, заповнений розчином нітрату калію концентрації $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³;
- мішалку магнітну типу ММ-3;
- млинок лабораторний типу МРП або інших аналогічних марок;
- сито з отворами діаметром 1 мм;

— терези лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104;

— шафу сушильну з температурою нагрівання 120 °С;

— апарат для збовтування рідин у посудинах типу АВУ-6с або інших аналогічних марок;

— колби мірні місткістю 1000; 100 та 50 см³ виконань 1; 2 2-го класу точності згідно з ГОСТ 1770;

— стакани скляні місткістю 100 см³ згідно з ГОСТ 1770;

— колби конічні місткістю 500 см³ згідно з ГОСТ 25336;

— піпетки місткістю 100; 50; 10 та 1 см³ виконань 1; 2; 4; 5 2-го класу точності згідно з ГОСТ 29228;

— лійку скляну діаметром 6 см згідно з ГОСТ 25336;

— натрію хлорид згідно з ГОСТ 4233, х. ч.;

— кислоту азотну згідно з ГОСТ 4461, х. ч.;

— калію нітрат згідно з ГОСТ 4217, х. ч.;

— воду дистильовану згідно з ГОСТ 6709;

— папір фільтрувальний згідно з ГОСТ 12026.

4.2.3 Підготовка до проведення аналізу

4.2.3.1 Підготовка проб — згідно з 4.1.3.1.

4.2.3.2 Приготування розчинів

4.2.3.2.1 Приготування розчину азотної кислоти концентрації $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ 6,7 см³ азотної кислоти густиною 1,4 г/см³ переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять до мітки дистильованою водою. Вміст колби ретельно перемішують (операцію проводять у витяжній шафі).

4.2.3.2.2 Приготування розчину нітрату калію концентрації $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³

Наважку нітрату калію 10,1107 г, попередньо висушеного за температури 120 °С до сталої маси, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють, перемішуючи у дистильованій воді і доводять до мітки. Вміст колби ретельно перемішують.

4.2.3.2.3 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ — згідно з 4.1.3.2.3.

4.2.3.2.4 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³ — згідно з 4.1.3.2.4.

4.2.3.2.5 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³ — згідно з 4.1.3.2.5.

4.2.3.3 Підготовка індикаторного хлоридселективного електроду ЕК 21.01.01 — згідно з 4.1.3.3.

4.2.4 Порядок проведення аналізу

Наважку проби масою близько 2,0; 6,0 та 30,0 г (за очікуваного вмісту хлориду натрію відповідно 3,0; 1,0 та 0,1 %) зважують із похибкою не більше 0,0002 г і переносять у конічну колбу місткістю 500 см³ із притертим корком. Додають 200 см³ розчину азотної кислоти концентрації $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ і збовтують упродовж 10 хв.

5 см³ одержаної суспензії переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 0,5 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³ і доводять до мітки розчином азотної кислоти концентрації $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³. Розчин перемішують і кількісно переносять у стакан, куди опускають індикаторний хлоридселективний електрод ЕК 21.01.01 та магнітну вертушку. Індикаторний електрод за допомогою сольового містка, заповненого розчином нітрату калію концентрації $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³, з'єднують з хлорсрібним електродом порівняння ЕВЛ-1МЗ. Вимірюють е. р. с. ланцюга до постійного значення потенціалу E_1 .

Індикаторний електрод, сольовий місток і магнітну вертушку опускають в інший стакан із 50 см³ одержаної суспензії і вимірюють е. р. с. ланцюга. Після встановлення постійного значення потенціалу E_2 до суспензії додають 0,5 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ і знову вимірюють е. р. с. до постійного значення потенціалу E_3 .

Одержані значення потенціалів E_1 , E_2 , E_3 фіксують у лабораторному журналі.

4.2.5 Обчислення результатів аналізу

Масову частку у пробі хлоридів X_1 , %, розраховують за формулою:

$$X_1 = \frac{3,5453}{(10^{-S} - 1) \cdot m}, \quad (9)$$

де 3,5453 — вміст хлоридів у 200 см³ розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — зміна потенціалу, мВ;

$-S = E_3 - E_1$ — крутість електродної функції, мВ/рСІ;

m — маса наважки, г.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

Результати заокруглюють до другого десяткового знаку за вмісту хлоридів більше 0,1 % і до третього — за його вмісту менше 0,1 %.

Масову частку хлоридів у сухій речовині X_2 , %, розраховують за формулою:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (10)$$

де X_1 — вміст хлоридів у пробі, %;

W — вологість проби, %, визначена згідно з ГОСТ 13496.3.

Масову частку хлориду натрію у пробі X_3 , %, розраховують за формулою:

$$X_3 = 1,648 \cdot X_1, \quad (11)$$

де 1,648 — коефіцієнт перерахунку хлоридів на хлорид натрію.

Масову частку хлориду натрію в сухій речовині X_4 , %, розраховують за формулою:

$$X_4 = 1,648 \cdot X_2. \quad (12)$$

4.2.6 Показники точності аналізу

Допустимі розбіжності між результатами двох паралельних визначень $a_{\text{вс}}$ та між двома результатами, одержаними в різних лабораторіях $D_{\text{вс}}$ за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинні перевищувати таких значень:

$$a_{\text{вс}} = 0,032 \cdot \bar{X} + 0,014, \quad (13)$$

$$D_{\text{вс}} = 0,071 \cdot \bar{\bar{X}} + 0,038, \quad (14)$$

ДСТУ 3782—98 (ГОСТ 13496.1—98)

де \bar{X} — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, %;
 $\bar{\bar{X}}$ — середнє арифметичне результатів двох визначень, виконаних у різних лабораторіях, %;

0,032; 0,014; 0,071; 0,038 — коефіцієнти регресії.

Гранична похибка результату аналізу $\Delta_{\text{абс.}}$ за односторонньої довірчої ймовірності $P = 0,95$ визначається за формулою:

$$\Delta_{\text{абс.}} = 0,04 \cdot \bar{X} + 0,02, \quad (15)$$

де 0,04; 0,02 — коефіцієнти регресії.

Допускається проведення аналізу без паралельних визначень за наявності в партії досліджуваних проб стандартних зразків. За результат дослідження приймають результат одиничного визначення, якщо різниця між відтвореним і атестованим значеннями вмісту хлоридів у стандартному зразку не перевищує такого значення:

$$\bar{D} = 0,05 \cdot X_{\text{ат.}} + 0,027, \quad (16)$$

де \bar{D} — допустиме відхилення середнього результату аналізу стандартного зразка від його атестованого значення, %;

$X_{\text{ат.}}$ — атестоване значення масової частки хлоридів, узятє із свідоцтва, %;

0,05; 0,027 — коефіцієнти регресії.

Контрольні аналізи зразків та аналіз стандартних зразків проводять у двох паралельних визначеннях.

4.3 Аргентометричний метод визначення вмісту хлоридів та хлориду натрію (арбітражний)

4.3.1 Суть методу полягає у розчиненні хлоридів проби у воді, освітленні розчину, слабкому окисленні азотною кислотою, осадженні хлоридів у вигляді хлориду срібла стандартним титрованим розчином нітрату срібла і титруванні надлишку нітрату срібла стандартним титрованим розчином роданіду калію чи роданіду амонію.

4.3.2 Апаратура, матеріали та реактиви

Під час проведення аналізу застосовують:

— терези лабораторні 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104;

— апарат для збовтування рідин у посудинах типу АВУ-6с або інших аналогічних марок;

— колби мірні місткістю 1000; 500; 200 та 100 см³ виконань 1; 2 2-го класу точності згідно з ГОСТ 1770;

— колби конічні місткістю 250; 100 та 50 см³ згідно з ГОСТ 25336;

— піпетки місткістю 100; 50; 25; 20; 5 та 2 см³ виконань 1; 2; 4; 5 2-го класу точності згідно з ГОСТ 29228;

— бюретки скляні місткістю 25; 10 та 5 см³ згідно з ГОСТ 29252;

— циліндри місткістю 500 та 100 см³ згідно з ГОСТ 1770;

— папір фільтрувальний згідно з ГОСТ 12026;

— вугілля активоване, котре не містить та не сорбує хлориди;

— кислоту азотну згідно з ГОСТ 4461;

- галуни залізоамонійні згідно з ГОСТ 4208;
- цинку ацетат згідно з ГОСТ 5823;
- натрію хлорид згідно з ГОСТ 4233 або стандарт-титр;
- калію хромат згідно з ГОСТ 4459, розчин з масовою часткою 10 %;
- кислоту оцтову льодяну згідно з ГОСТ 61;
- калію фериціанід (II) згідно з ГОСТ 4207;
- калію роданід або амонію роданід згідно з ГОСТ 4139;
- срібла нітрат згідно з ГОСТ 1277;
- ацетон згідно з ГОСТ 2603;
- гексан;
- воду дистильовану згідно з ГОСТ 6709.

4.3.3 Підготовка до проведення аналізу

4.3.3.1 Підготовка проб — згідно з 4.1.3.1.

4.3.3.2 Приготування розчину Каррезу-1

21,9 г ацетата цинку розчиняють у мірній колбі місткістю 100 см³ у невеликому об'ємі дистильованої води, додають 3 см³ льодяної оцтової кислоти і доводять водою до мітки.

4.3.3.3 Приготування розчину Каррезу-2

10,6 г фериціаніду (II) калію розчиняють у мірній колбі місткістю 100 см³ у невеликому об'ємі дистильованої води і доводять водою до мітки.

4.3.3.4 Приготування насиченого розчину залізоамонійного галуни

500 г подрібненого галуни розчиняють у 1000 см³ киплячої дистильованої води. Розчин охолоджують, поміщаючи колбу в холодну воду.

Утворені кристали відділяють декантацією або фільтруванням. До одержаного розчину додають, перемішуючи невеликими порціями концентровану азотну кислоту доти, доки розчин не стане прозорим (близько 40 см³).

4.3.3.5 Приготування розчину хлориду натрію концентрації $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/дм³

5,8454 г хлориду натрію, попередньо висушеного при температурі 120 °С до сталої маси, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³, розчиняють у невеликому об'ємі дистильованої води і доводять до мітки.

Допускається приготування розчину із фіксаналу.

4.3.3.6 Приготування розчину нітрату срібла концентрації $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³

17,00 г нітрату срібла переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³, розчиняють у невеликому об'ємі дистильованої води і доводять до мітки. Розчин зберігають у посудині з темного скла.

4.3.3.7 Визначення коефіцієнта поправки розчину азотнокислого срібла

У конічну колбу місткістю 100 см³ відміряють 20 см³ розчину хлориду натрію концентрації 0,1 моль/дм³, додають 4 краплі розчину хромату калію з масовою часткою 10 % і титрують розчином нітрату срібла, постійно перемішуючи, до зміни кольору розчину від лимонного до слабко-оранжевого.

Коефіцієнт поправки до розчину нітрату срібла K_1 розраховують за формулою:

$$K_1 = \frac{V \cdot K}{V_1}, \quad (17)$$

де V — об'єм розчину хлориду натрію, см³;

K — коефіцієнт поправки розчину хлориду натрію, який дорівнює 1;

V_1 — об'єм розчину нітрату срібла, витрачений на титрування, см³.

4.3.3.8 Точну концентрацію розчину нітрату срібла C_1 , моль/дм³, розраховують за формулою:

$$C_1 = C \cdot K_1, \quad (18)$$

де C — задана концентрація нітрату срібла у розчині, яка дорівнює 0,1 моль/дм³;
 K_1 — коефіцієнт поправки до розчину нітрату срібла.

4.3.3.9 Приготування розчину роданіду калію чи роданіду амонію концентрації $c(\text{KSCN})$ або $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1$ моль/дм³

9,72 г роданіду калію або 8,00 г роданіду амонію переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³, розчиняють у невеликому об'ємі дистильованої води і доводять до мітки. Розчин зберігають у посудині з темного скла.

Допускається приготування розчину з фіксаналу.

4.3.3.10 Визначення коефіцієнта поправки розчину роданіду калію чи роданіду амонію

У конічну колбу місткістю 250 см³ відміряють 25 см³ розчину нітрату срібла, додають 2 см³ насиченого розчину залізоамонійного галууну, 50—100 см³ дистильованої води і титрують розчином роданіду калію чи роданіду амонію до слабо-оранжевого забарвлення, котре не зникає.

Коефіцієнт поправки розчину роданіду калію чи роданіду амонію K_2 розраховують за формулою:

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3}, \quad (19)$$

де V_2 — об'єм розчину нітрату срібла, см³;
 K_1 — коефіцієнт поправки розчину нітрату срібла;
 V_3 — об'єм розчину роданіду калію чи роданіду амонію, витрачений на титрування, см³.

4.3.3.11 Точну концентрацію розчину роданіду калію чи роданіду амонію C_2 , моль/дм³, розраховують за формулою:

$$C_2 = C_3 \cdot K_2, \quad (20)$$

де C_3 — задана концентрація розчину роданіду калію чи роданіду амонію, яка дорівнює 0,1 моль/дм³;
 K_2 — коефіцієнт поправки до розчину роданіду калію чи роданіду амонію.

4.3.4 Порядок проведення аналізу

Наважку досліджуваного продукту масою близько 5 г зважують з похибкою не більше 0,0002 г, переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, додають 400 см³ дистильованої води, 5 см³ розчину Каррезу-1, перемішують і додають 5 см³ розчину Каррезу-2. Вміст колби збовтують на апараті для збовтування впродовж 30 хв, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують. Для одержання безбарвних та прозорих витяжок у колбу з наважкою додають 1 г активованого вугілля.

Для кормів з великим вмістом колоїдних речовин, жмихів, зерна, підданих гідротермічному обробленню, аналіз проводять, як описано вище, але не фільтрують. 100 см³ витяжки переносять у мірну колбу місткістю 200 см³ і доводять до мітки ацетоном. Розчин перемішують і фільтрують.

У конічну колбу переносять аліквотну частину (25—100 см³) фільтрату відповідно до очікуваного вмісту хлоридів. Аліквотна частина повинна містити не більше 150 мг хлориду. Розчин доводять дистильованою водою до об'єму не менше 50 см³, додають 5 см³ концентрованої азотної кислоти, 2 см³ насиченого розчину залізоамонійного галуну і 2 краплі розчину роданіду калію чи роданіду амонію з бюретки, заповненої до нульової відмітки (залишок розчину використовується потім для титрування надлишку нітрату срібла). Потім додають розчин нітрату срібла з бюретки чи піпетки до зникнення червоного забарвлення і деякий його надлишок (для комбікормів та сировини залежно від очікуваного вмісту хлоридів загальний об'єм доданого нітрату срібла становить від 2 до 5 см³, для контрольного досліду — від 0,5 до 2 см³). Під час додання нітрату срібла вміст колби енергійно збовтують для коагуляції випадного осаду і додають 5 см³ гексану. Дослід виконують у витяжній шафі. Потім титрують надлишок нітрату срібла розчином роданіду калію чи роданіду амонію до появи червонувато-коричневого забарвлення, яке не зникає упродовж 30 с.

Одночасно проводять контрольний дослід, у якому використовують усі зазначені реактиви. Замість досліджуваної витяжки беруть такий самий об'єм дистильованої води.

4.3.5 Обчислення результатів аналізу

Масову частку у пробі хлориду натрію X_1 , %, розраховують за формулою:

$$X_1 = \frac{5,845 \cdot [(V_5 - V_5') \cdot C_1 - (V_6 - V_6') \cdot C_2] \cdot 500}{m \cdot V_4}, \quad (21)$$

- де 5,845 — коефіцієнт для перерахунку результату у вигляді відсоткового вмісту хлориду натрію;
- 500 — загальний об'єм водної витяжки, см³;
- V_5 — об'єм розчину нітрату срібла, доданий у досліджувану пробу, см³;
- V_5' — об'єм розчину нітрату срібла, доданий у контрольний дослід, см³;
- C_1 — точна концентрація розчину нітрату срібла, моль/дм³;
- V_6 — об'єм розчину роданіду калію чи роданіду амонію, витрачений на титрування досліджуваної проби, см³;
- V_6' — об'єм розчину роданіду калію чи роданіду амонію, витрачений на титрування контрольного досліду, см³;
- C_2 — точна концентрація розчину роданіду калію чи роданіду амонію, моль/дм³;
- m — маса наважки, г;
- V_4 — об'єм аліквотної частини фільтрату, використаний для аналізу, см³.

Для кормів з великим вмістом колоїдних речовин, жмихів, зерна, підданих гідротермічному обробленню, масову частку хлориду натрію X_3 , %, розраховують за формулою:

$$X_3 = \frac{5,845 \cdot [(V_5 - V_5') \cdot C_1 - (V_6 - V_6') \cdot C_2] \cdot 1000}{m \cdot V_4}, \quad (22)$$

де 1000 — об'єм витяжки з урахуванням розведення, см³.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

4.3.6 Показники точності аналізу

Гранично допустимі розбіжності між результатами паралельних визначень не повинні перевищувати 0,05 % за вмісту хлориду натрію менше 1 %. За вмісту хлориду натрію більше 1 % гранично допустимі розбіжності між результатами паралельних визначень не повинні перевищувати 5 %.

5 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТУ АНАЛІЗУ

Одержаний результат записують у лабораторному журналі і видають замовникові згідно з формою, зазначеною в додатку А.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)**Зразок форми запису результату аналізу**

Дата	Проба комбікорму або комбікормової сировини	Масова частка натрію, X_1 , %	Масова частка хлориду натрію, X_3 , %	Виконавець
------	--	---------------------------------------	---	------------

Зав. ВТЛ

Ключові слова: комбікорми, комбікормова сировина, натрій, хлорид натрію, іонометрія, метод добавок, натрійселективний електрод, хлоридселективний електрод, аргентометрія.

ГОСТ 13496.1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА. КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания натрия
и хлорида натрия

Издание официальное

Межгосударственный совет
по стандартизации, метрологии и сертификации

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН Киевским институтом хлебопродуктов, ТК 41

ВНЕСЕН Комитетом Украины по вопросам стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Госстандарта Украины от 19 марта 1999 г. № 125

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.1—89

5 РАЗРАБОТЧИКИ: **В. И. Берестецкий, Г. С. Головатюк**

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

СОДЕРЖАНИЕ

	С.
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Методы отбора проб	2
4 Методы определения содержания натрия и хлорида натрия	2
4.1 Ионметрический метод определения содержания натрия и хлорида натрия (основной)	2
4.2 Ионметрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия	5
4.3 Argentометрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия (арбитражный)	8
5 Оформление результата анализа	12
Приложение А Образец формы записи результата анализа	13

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА. КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

**Методы определения содержания натрия
и хлорида натрия**

MIXED FODDER AND RAW MIXED FODDER

Methods for sodium
and sodium chloride determination

Дата введения 2000—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает методы определения содержания натрия и хлорида натрия.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1277—75 Серебро азотно-кислое. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
- ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 4139—75 Калий роданистый. Технические условия
- ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия
- ГОСТ 4217—77 Калий азотно-кислый. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4459—75 Калий хромово-кислый. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5823—78 Цинк уксусно-кислый 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
- ГОСТ 13496.3—92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги
- ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 17792—72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование стеклянные лабораторные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.

3 МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

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

4 МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ И ХЛОРИДА НАТРИЯ

4.1 Ионметрический метод определения содержания натрия и хлорида натрия (основной)

4.1.1 Сущность метода состоит в экстракции хлорида натрия, содержащегося в пробе, буферным раствором гидроксида кальция и последующем определении натрия методом добавок с помощью стеклянного натрийселективного электрода ЭСЛ-51-07.

Содержание натрия пересчитывают на хлорид натрия.

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

4.1.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

— цифровой иономер типа И-130 М или других марок с аналогичными параметрами; допускается использование стрелочных иономеров типа ЭВ-74 с дискретностью отсчета ± 1 мВ;

— стеклянный натрийселективный электрод ЭСЛ-51-07;

— электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792;

— мешалку магнитную типа ММ-3;

— мельничку лабораторную типа МРП или других аналогичных марок;

— сито с отверстиями диаметром 1 мм;

— весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

— шкаф сушильный с температурой нагрева 120 °С;

— аппарат для встряхивания жидкостей в емкостях типа АБУ-6с или других аналогичных марок;

— колбы конические вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336;

— колбы мерные вместимостью 1000, 200, 100 и 50 см³ исполнений 1, 2 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

— стаканы стеклянные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;

— пипетки вместимостью 50; 20; 10; 5 и 1 см³ исполнений 1; 2; 4; 5 2-го класса точности по ГОСТ 29228;

- воронку стеклянную диаметром 6 см по ГОСТ 25336;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233, х. ч.;
- кальция гидроксид, стандарт-титр, рН 12,45;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.1.3 Подготовка к проведению анализа

4.1.3.1 Подготовка проб

Из средней пробы комбикорма или комбикормового сырья методом квартования (ГОСТ 13496.0) выделяют около 100 г продукта, измельчают на лабораторной мельничке и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Подготовленные пробы сохраняют в стеклянных или пластмассовых емкостях с крышками в сухом месте.

4.1.3.2 Приготовление растворов

4.1.3.2.1 Буферный раствор гидроксида кальция рН 12,45 готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему инструкции.

4.1.3.2.2 Приготовление раствора для экстракции хлорида натрия

20 см³ буферного раствора гидроксида кальция (рН 12,45), приготовленного согласно 4.1.3.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

4.1.3.2.3 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³

Навеску хлорида натрия 2,9222 г, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде и доводят до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

4.1.3.2.4 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³

10 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

4.1.3.2.5 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³

2 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

4.1.3.3 Подготовка индикаторного натрийселективного электрода ЭСЛ-51-07

Перед анализом каждой пробы электрод в течение 10 мин выдерживают при перемешивании в дистиллированной воде с ее двухразовой сменой, а затем в течение 5 мин в растворе хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³.

После проведения анализа электродную пару тщательно промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

4.1.4 Порядок проведения анализа

Навеску пробы массой около 0,6; 6,0 и 30,0 г (при ожидаемом содержании хлорида натрия соответственно 3,0; 1,0 и 0,1 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притертой пробкой. Добавляют 200 см³ раствора, приготовленного согласно 4.1.3.2.2, и взбалтывают в течение 10 мин.

5 см³ полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,5 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³, 5 см³ буферного раствора гидроксида кальция и доводят водой до метки. Раствор перемешивают и количественно переносят в первый стакан, куда опускают электродную пару и магнитную вертушку. Измеряют э. д. с. цепи до постоянного значения потенциала E_1 .

Электродную пару опускают во второй стакан с 50 см³ полученной суспензии и измеряют э. д. с. цепи. После установления постоянного значения потенциала E_2 к суспензии добавляют 0,5 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ и снова измеряют э. д. с. до постоянного значения потенциала (E_3).

Полученные значения потенциалов E_1 , E_2 , E_3 фиксируют в лабораторном журнале.

4.1.5 Расчет результатов анализа

Массовую долю натрия в пробе X_1 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{2,2990}{(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1) \cdot m}, \quad (1)$$

где 2,2990 — содержание натрия в 200 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$S = E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции, мВ/рNa⁺;

m — масса навески, г.

За конечный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты округляют до второго десятичного знака при содержании натрия более 0,1 % и до третьего — при его содержании менее 0,1 %.

Массовую долю натрия в сухом веществе X_2 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где X_1 — содержание натрия в пробе, %;

W — влажность пробы, %, определенная по ГОСТ 13496.3.

Массовую долю хлорида натрия в пробе X_3 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_3 = 2,54 \cdot X_1, \quad (3)$$

где 2,54 — коэффициент пересчета натрия на хлорид натрия.

Массовую долю хлорида натрия в сухом веществе X_4 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_4 = 2,54 \cdot X_2. \quad (4)$$

4.1.6 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений $\alpha_{\text{абс.}}$ и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях $D_{\text{абс.}}$, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

$$\alpha_{\text{абс.}} = 0,061 \cdot \bar{X} + 0,011, \quad (5)$$

$$D_{\text{абс.}} = 0,084 \cdot \bar{\bar{X}} + 0,051, \quad (6)$$

где \bar{X} — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;
 $\bar{\bar{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;
 0,061; 0,084; 0,011; 0,051 — коэффициенты регрессии.

Предельную погрешность результата анализа $\Delta_{\text{абс.}}$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ определяют по формуле:

$$\Delta_{\text{абс.}} = 0,05 \cdot \bar{X} + 0,03, \quad (7)$$

где 0,05; 0,03 — коэффициенты регрессии.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным значениями содержания натрия в стандартном образце не превышает следующего значения:

$$\bar{D} = 0,059 \cdot X_{\text{ат.}} + 0,036, \quad (8)$$

где \bar{D} — допустимое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, %;
 $X_{\text{ат.}}$ — аттестованное значение массовой доли натрия, взятое из свидетельства, %;
 0,059; 0,036 — коэффициенты регрессии.

Контрольные анализы образцов и анализ стандартных образцов проводят в двух параллельных определениях.

4.2 Ионметрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия

4.2.1 Сущность метода состоит в экстракции хлоридов раствором азотной кислоты и дальнейшем их определении методом добавок с использованием твердофазного хлоридселективного электрода типа ЭК 21.01.01.

Содержание хлоридов пересчитывают на хлорид натрия.

Метод позволяет определять массовую долю хлоридов в комбикормах и комбикормовом сырье от 0,04 до 3,52 % и хлорида натрия — от 0,06 до 5,8 %.

4.2.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

- цифровой иономер типа И-130 М или других марок с аналогичными параметрами; допускается использование стрелочных иономеров типа ЭВ-74 с дискретностью отсчета ± 1 мВ;
- твердофазный хлоридселективный электрод типа ЭК 21.01.01;
- электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792;
- ключ электролитический, заполненный раствором нитрата калия концентрации $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³;
- мешалку магнитную типа ММ-3;

- мельничку лабораторную типа МРП или других аналогичных марок;
- сито с отверстиями диаметром 1 мм;
- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный с температурой нагрева 120 °С;
- аппарат для взбалтывания жидкостей в емкостях типа АВУ-6с или других аналогичных марок;
- колбы мерные вместимостью 1000; 100 и 50 см³ исполнений 1 и 2 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- стаканы стеклянные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;
- колбы конические вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336;
- пипетки вместимостью 100; 50; 10 и 1 см³ исполнений 1; 2; 4; 5 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- воронку стеклянную диаметром 6 см по ГОСТ 25336;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233, х. ч.;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, х. ч.;
- калия нитрат по ГОСТ 4217, х. ч.;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026.

4.2.3 Подготовка к проведению анализа

4.2.3.1 Подготовка проб — по 4.1.3.1.

4.2.3.2 Приготовление растворов

4.2.3.2.1 Приготовление раствора азотной кислоты концентрации $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ 6,7 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают (операцию выполняют в вытяжном шкафу).

4.2.3.2.2 Приготовление раствора нитрата калия концентрации $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³ Навеску нитрата калия 10,1107 г, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде и доводят до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

4.2.3.2.3 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ — по 4.1.3.2.3.

4.2.3.2.4 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³ — по 4.1.3.2.4.

4.2.3.2.5 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,001$ моль/дм³ — по 4.1.3.2.5.

4.2.3.3 Подготовка индикаторного хлоридселективного электрода ЭК 21.01.01 — по 4.1.3.3.

4.2.4 Порядок проведения анализа

Навеску пробы массой около 2,0; 6,0 и 30,0 г (при ожидаемом содержании хлорида натрия соответственно 3,0; 1,0 и 0,1 %) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притертой пробкой. Добавляют 200 см³ раствора азотной кислоты концентрации $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ и взбалтывают в течение 10 мин.

5 см³ полученной суспензии переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,5 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,05$ моль/дм³ и доводят до метки раствором азотной кислоты концентрации $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³. Раствор перемешивают и количественно переносят в стакан, куда опускают индикаторный хло-

ридселективный электрод ЭК 21.01.01 и магнитную вертушку. Индикаторный электрод с помощью солевого мостика, заполненного раствором нитрата калия концентрации $c(\text{KNO}_3) = 1$ моль/дм³, соединяют с хлорсеребряным электродом сравнения ЭВЛ-1МЗ. Измеряют э. д. с. цепи до постоянного значения потенциала E_1 .

Индикаторный электрод, солевой мостик и магнитную вертушку опускают в другой стакан с 50 см³ полученной суспензии и измеряют э. д. с. цепи. После установления постоянного значения потенциала E_2 к суспензии добавляют 0,5 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³ и снова измеряют э. д. с. до постоянного значения потенциала E_3 .

Полученные значения потенциалов E_1 , E_2 , E_3 фиксируют в лабораторном журнале.

4.2.5 Расчет результатов анализа

Массовую долю в пробе хлоридов X_1 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{3,5453}{\frac{\Delta E}{(10^{-5} - 1) \cdot m}}, \quad (9)$$

где 3,5453 — содержание хлоридов в 200 см³ раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,5$ моль/дм³, г;

$\Delta E = E_3 - E_2$ — изменение потенциала, мВ;

$-S = E_3 - E_1$ — крутизна электродной функции, мВ/рСl⁻;

m — масса навески, г.

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

Результаты округляют до второго десятичного знака при содержании хлоридов более 0,1 % и до третьего — при содержании менее 0,1 %.

Массовую долю хлоридов в сухом веществе X_2 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \quad (10)$$

где X_1 — содержание хлоридов в пробе, %;

W — влажность пробы, %, определенная по ГОСТ 13496.3.

Массовую долю хлорида натрия в пробе X_3 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_3 = 1,648 \cdot X_1, \quad (11)$$

где 1,648 — коэффициент пересчета хлоридов на хлорид натрия.

Массовую долю хлорида натрия в сухом веществе X_4 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_4 = 1,648 \cdot X_2. \quad (12)$$

4.2.6 Показатели точности анализа

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений $d_{\text{абс}}$ и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях $D_{\text{абс}}$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{\text{абс.}} = 0,032 \cdot \bar{X} + 0,014, \quad (13)$$

$$D_{\text{абс.}} = 0,071 \cdot \bar{\bar{X}} + 0,038, \quad (14)$$

где \bar{X} — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;
 $\bar{\bar{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;
 0,032; 0,014; 0,071; 0,038 — коэффициенты регрессии.

Предельную погрешность результата анализа $\Delta_{\text{абс.}}$ при односторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ рассчитывают по формуле:

$$\Delta_{\text{абс.}} = 0,04 \cdot \bar{X} + 0,02, \quad (15)$$

где 0,04; 0,02 — коэффициенты регрессии.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным значениями содержания хлоридов в стандартном образце не превышает следующего значения:

$$\bar{D} = 0,05 \cdot X_{\text{ат.}} + 0,027, \quad (16)$$

где \bar{D} — допустимое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, %;
 $X_{\text{ат.}}$ — аттестованное значение массовой доли хлоридов, взятое из свидетельства, %;
 0,05; 0,027 — коэффициенты регрессии.

Контрольные анализы образцов и анализ стандартных образцов проводят в двух параллельных определениях.

4.3 Аргентометрический метод определения содержания хлоридов и хлорида натрия (арбитражный)

4.3.1 Сущность метода состоит в растворении хлоридов пробы в воде, осветлении раствора, слабом окислении азотной кислотой, осаждении хлоридов в виде хлорида серебра с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра и титровании избытка нитрата серебра стандартным титрованным раствором роданида калия или роданида аммония.

4.3.2 Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении анализа используют:

- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- аппарат для взбалтывания жидкостей в емкостях типа АВУ-6с или других аналогичных марок;
- колбы мерные вместимостью 1000; 500; 200 и 100 см³ исполнений 1; 2 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

- колбы конические вместимостью 250; 100 и 50 см³ по ГОСТ 25336;
- пипетки вместимостью 100; 50; 25; 20; 5 и 2 см³ исполнений 1; 2; 4; 5 2-го класса точности по ГОСТ 29228;
- бюретки стеклянные вместимостью 25; 10 и 5 см³ по ГОСТ 29252;
- цилиндры вместимостью 500 и 100 см³ по ГОСТ 1770;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- уголь активированный, не содержащий и не сорбирующий хлориды;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- квасцы железоммонийные по ГОСТ 4208;
- цинка ацетат по ГОСТ 5823;
- натрия хлорид по ГОСТ 4233 или стандарт-титр;
- калия хромат по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10 %;
- кислоту уксусную ледяную по ГОСТ 61;
- калия феррицианид (II) по ГОСТ 4207;
- калия роданид или аммония роданид по ГОСТ 4139;
- серебра нитрат по ГОСТ 1277;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- гексан;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.3.3 Подготовка к проведению анализа

4.3.3.1 Подготовка проб — по 4.1.3.1.

4.3.3.2 Приготовление раствора Карреза-1

21,9 г ацетата цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в небольшом объеме дистиллированной воды, добавляют 3 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят водой до метки.

4.3.3.3 Приготовление раствора Карреза-2

10,6 г феррицианида (II) калия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят водой до метки.

4.3.3.4 Приготовление насыщенного раствора железоммонийных квасцов

500 г измельченных квасцов растворяют в 1000 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор охлаждают, помещая колбу в холодную воду.

Образовавшиеся кристаллы отделяют декантацией или фильтрованием. К полученному раствору при перемешивании добавляют небольшими порциями концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока раствор не станет прозрачным (около 40 см³).

4.3.3.5 Приготовление раствора хлорида натрия концентрации $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/дм³

5,8454 г хлорида натрия, предварительно высушенного при температуре 120 °С до постоянной массы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

4.3.3.6 Приготовление раствора нитрата серебра концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³

17,00 г нитрата серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки. Раствор хранят в банке из темного стекла.

4.3.3.7 Определение коэффициента поправки раствора азотнокислого серебра

В коническую колбу вместимостью 100 см³ отмеряют 20 см³ раствора хлорида натрия концентрации 0,1 моль/дм³, добавляют 4 капли раствора хромата калия с массовой долей 10 % и титруют раствором нитрата серебра при постоянном перемешивании до изменения окраски раствора от лимонной до слабо-оранжевой.

Коэффициент поправки к раствору нитрата серебра K_1 рассчитывают по формуле:

$$K_1 = \frac{V \cdot K}{V_1}, \quad (17)$$

где V — объем раствора хлорида натрия, см³;
 K — коэффициент поправки раствора хлорида натрия, равный 1;
 V_1 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, см³.

4.3.3.8 Точную концентрацию раствора нитрата серебра C_1 , моль/дм³, рассчитывают по формуле:

$$C_1 = C \cdot K_1, \quad (18)$$

где C — заданная концентрация нитрата серебра в растворе, равная 0,1 моль/дм³;
 K_1 — коэффициент поправки к раствору нитрата серебра.

4.3.3.9 Приготовление раствора роданида калия или роданида аммония концентрации $c(\text{KSCN})$ или $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1$ моль/дм³

9,72 г роданида калия или 8,00 г роданида аммония переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки. Раствор хранят в банке из темного стекла.

Допускается приготовление раствора из фиксаля.

4.3.3.10 Определение коэффициента поправки раствора роданида калия или роданида аммония

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеряют 25 см³ раствора нитрата серебра, добавляют 2 см³ насыщенного раствора железоммонийных квасцов, 50—100 см³ дистиллированной воды и титруют раствором роданида калия или роданида аммония до исчезающей слабо-оранжевой окраски.

Коэффициент поправки раствора роданида калия или роданида аммония K_2 рассчитывают по формуле:

$$K_2 = \frac{V_2 \cdot K_1}{V_3}, \quad (19)$$

где V_2 — объем раствора нитрата серебра, см³;
 K_1 — коэффициент поправки раствора нитрата серебра;
 V_3 — объем раствора роданида калия или роданида аммония, израсходованный на титрование, см³.

4.3.3.11 Точную концентрацию раствора роданида калия или роданида аммония C_2 , моль/дм³, рассчитывают по формуле:

$$C_2 = C_3 \cdot K_2, \quad (20)$$

где C_3 — заданная концентрация раствора роданида калия или роданида аммония, равная 0,1 моль/дм³;
 K_2 — коэффициент поправки к раствору роданида калия или роданида аммония.

4.3.4 Порядок проведения анализа

Навеску исследуемого продукта массой около 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 400 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора Карреза-1, перемешивают и добавляют 5 см³ раствора Карреза-2. Содержимое колбы взбалтывают на аппарате для взбалтывания в течение 30 мин, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Для получения неокрашенных и прозрачных вытяжек в колбу с навеской добавляют 1 г активированного угля.

Для кормов с высоким содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутых гидротермической обработке, анализ проводят, как описано выше, но не фильтруют. 100 см³ вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят до метки ацетоном. Раствор перемешивают и фильтруют.

В коническую колбу переносят аликвотную часть (25—100 см³) фильтрата соответственно ожидаемому содержанию хлоридов. Аликвотная часть должна содержать не более 150 мг хлорида. Раствор доводят дистиллированной водой до объема не менее 50 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, 2 см³ насыщенного раствора железоммонийных квасцов и 2 капли раствора роданида калия или роданида аммония из бюретки, заполненной до нулевой отметки (остаток раствора используется потом для титрования избытка нитрата серебра). Потом добавляют раствор нитрата серебра из бюретки или пипетки до исчезновения красной окраски и некоторый его избыток (для комбикормов и сырья в зависимости от ожидаемого содержания хлоридов общий объем добавленного нитрата серебра составляет от 2 до 5 см³, для контрольного опыта — от 0,5 до 2 см³). При добавлении нитрата серебра содержимое колбы энергично взбалтывают для коагуляции выпадающего осадка. Для обеспечения лучшей коагуляции осадка добавляют 5 см³ гексана. Опыт выполняют в вытяжном шкафу. Потом титруют избыток нитрата серебра раствором роданида калия или роданида аммония до появления красновато-коричневой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя все указанные реактивы. Вместо исследуемой вытяжки берут такой же объем дистиллированной воды.

4.3.5 Расчет результата анализа

Массовую долю в пробе хлорида натрия X_1 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{5,845 \cdot [(V_5 - V_5') \cdot C_1 - (V_6 - V_6') \cdot C_2] \cdot 500}{m \cdot V_4}, \quad (21)$$

- где 5,845 — коэффициент для пересчета результата в виде процентного содержания хлорида натрия;
- 500 — общий объем водной вытяжки, см³;
- V_5 — объем раствора нитрата серебра, добавленный в исследуемую пробу, см³;
- V_5' — объем раствора нитрата серебра, добавленный в контрольный опыт, см³;
- C_1 — точная концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм³;
- V_6 — объем раствора роданида калия или роданида аммония, использованный на титрование исследуемой пробы, см³;
- V_6' — объем раствора роданида калия или роданида аммония, использованный на титрование контрольного опыта, см³;
- C_2 — точная концентрация раствора роданида калия или роданида аммония, моль/дм³;

m — масса навески, г;

V_4 — объем аликвотной части фильтрата, использованный для анализа, см³.

Для кормов с большим содержанием коллоидных веществ, жмыхов, зерна, подвергнутых гидротермической обработке, массовую долю хлорида натрия X_3 , %, рассчитывают по формуле:

$$X_3 = \frac{5,845 \cdot [(V_5 - V_5') \cdot C_1 - (V_6 - V_6') \cdot C_2] \cdot 1000}{m \cdot V_4}, \quad (22)$$

где 1000 — объем вытяжки с учетом разведения, см³.

За конечный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4.3.6 Показатели точности анализа

Гранично допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,05 % при содержании хлорида натрия менее 1 %. При содержании хлорида натрия более 1 % предельно допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 5 %.

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА АНАЛИЗА

Полученный результат записывают в лабораторном журнале и выдают заказчику в соответствии с формой, указанной в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Образец формы записи результата анализа

Дата	Проба комбикорма или комбикормового сырья	Массовая доля натрия, X_1 , %	Массовая доля хлорида натрия, X_3 , %	Исполнитель
------	--	---------------------------------------	---	-------------

Зав. ПТЛ

Ключевые слова: комбикорма, сырье комбикормовое, натрий, хлорид натрия, ионометрия, метод добавок, натрийселективный электрод, хлоридселективный электрод, аргентометрия.

Редактор **Н. Науменко**
Технічний редактор **Т. Новікова**
Коректор **Г. Ніколаєва**
Комп'ютерна верстка **Л. М'ялківська**

Підписано до друку 24.12.99. Формат 60×84 1/8.
Ум. друк. арк. 4,18. Зам. *29* Ціна договірна.

Відділ поліграфії науково-технічних видань УкрНДІСІ
03150, Київ-150, вул. Горького, 174