
**Корма для животных. Определение
содержания азота и расчет содержания
сырого белка.**

**Часть 1.
Метод Къельдаля**

*iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)*

*Animal feeding stuffs. Determination of nitrogen content and calculation
of crude protein content.*

Part 1: Kjeldahl method

ISO 5983-1:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93796a4c-9f81-4dcc-8b7a-2f00fd835d30/iso-5983-1-2005>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 5983-1:2005(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже..

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5983-1:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93796a4c-9f81-4dcc-8b7a-2f00fd835d30/iso-5983-1-2005>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2005

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Реактивы и материалы.....	1
5 Аппаратура.....	2
6 Отбор проб.....	2
7 Приготовление пробы для испытания.....	3
8 Методика	3
9 Расчет и выражение результатов	5
10 Прецизионность.....	6
11 Протокол испытания.....	7
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторного испытания	8
Библиография.....	10

[ISO 5983-1:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93796a4c-9f81-4dcc-8b7a-2f00fd835d30/iso-5983-1-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93796a4c-9f81-4dcc-8b7a-2f00fd835d30/iso-5983-1-2005>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 5983-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 10, *Корма для животных*.

Настоящее первое издание ISO 5983-1 вместе с ISO 5983-2:2005 отменяет и заменяет международный стандарт ISO 5983:1997, который был подвергнут техническому пересмотру.

ISO 5983 состоит из следующих частей под общим названием *Корма для животных — Определение содержания азота и расчет содержания сырого белка*:

— *Часть 1. Метод Кьельдаля*

— *Часть 2. Метод с использованием блока для озоления/перегонки с водяным паром*

Корма для животных. Определение содержания азота и расчет содержания сырого белка.

Часть 1. Метод Къельдаля

1 Область применения

Настоящая часть ISO 5983 устанавливает метод определения содержания азота в кормах для животных методом Къельдаля, а также метод расчета содержания сырого белка.

Данным методом не определяют окисленные формы азота или гетероциклические соединения азота.

Этим методом нельзя различить белковый и небелковый азот. Если важно определить содержание небелкового азота следует использовать соответствующий метод.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 6498, *Корма для животных. Подготовка испытываемых проб*

3 Принцип

Органическое вещество озоляют в серной кислоте в присутствии катализатора. Продукт реакции подщелачивают, затем выделенный аммиак отгоняют и титруют. Содержание азота рассчитывают, и результат умножают на условный коэффициент для получения содержания сырого белка.

4 Реактивы и материалы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если не оговорено иначе, и дистиллированную или деионизированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Реактивы [за исключением стандартных веществ (4.6)] практически не должны содержать азотистых соединений.

4.1 Сульфат калия.

4.2 Катализатор, либо 4.2.1, либо 4.2.2.

4.2.1 Оксид меди (II) (CuO).

4.2.2 Сульфат меди(II), пентагидрат (CuSO₄·5H₂O).

4.3 Серная кислота, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18$ моль/л, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ г/мл.

4.4 Парафин.

4.5 Сахароза.

4.6 Стандартные вещества, либо 4.6.1, либо 4.6.2.

4.6.1 Ацетанилид, с точкой плавления 114 °C; содержанием азота (N) $103,6$ г/кг.

4.6.2 Триптофан, с точкой плавления 282 °C; содержанием азота (N) $137,2$ г/кг.

Сушат перед использованием.

4.7 Раствор гидроксида натрия, $w(\text{NaOH}) = 33$ % (массовая доля).

4.8 Жидкость для улавливания, либо 4.8.1, либо 4.8.2.

4.8.1 Серная кислота, титрованный раствор, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ моль/л или $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,125$ моль/л.

4.8.2 Борная кислота, $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40$ г/л.

4.9 Растворы для титрования.

4.9.1 Гидроксид натрия, титрованный раствор, $c(\text{NaOH}) 0,1$ моль/л или $c(\text{NaOH}) = 0,25$ моль/л.

4.9.2 Серная кислота, титрованный раствор, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ моль/л или $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,125$ моль/л.

Молярность титрованных растворов должна быть известна с точностью до четвертого десятичного знака.

4.10 Смешанный индикатор, нейтральная точка при pH $4,4 - 5,8$.

Растворяют 2г метилового красного и 1 г метиленовой сини в 1 000 мл этанола [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95$ % (объемная доля)].

4.11 Индикаторная pH бумага.

4.12 Средства для равномерного кипения, такие как гранулированная пемза, стеклянные шарики диаметром от 5 мм до 7 мм или карборундовая крошка, промытые в соляной кислоте и дистиллированной воде и прокаленные.

5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

5.1 Аналитические весы.

5.2 Аппаратура для озоления, перегонки и титрования.

6 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этой части ISO 5893. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 6497.

Хранят пробу таким образом, чтобы предотвратить ее порчу и изменение состава.

7 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 6498.

8 Методика

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Операции, описанные в 8.3.1 и 8.3.2, следует выполнять в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу или лабораторной тяге, которые устойчивы к воздействию серной кислоты.

8.1 Общие положения

Относительно общих положений по применению метода Кьельдаля см. ISO 1871.

8.2 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 1 мг такую массу пробы для испытания, выбранную в соответствии с ожидаемым содержанием азота, чтобы проба для анализа содержала от 0,005 г до 0,2 г азота и желательно более 0,02 г.

Масса пробы для анализа, взятая от гомогенных, высушенных на воздухе проб, должна составлять от 0,5 г до 2,0 г. Масса пробы для анализа, взятая от влажных и/или негетерогенных проб, должна составлять от 2,5 г до 5,0 г.

8.3 Определение

8.3.1 Озольное органического вещества

Для озольного количественно переносят пробу для анализа в колбу Кьельдаля подходящего размера (обычно 800 мл).

Добавляют 15 г сульфата калия (4.1).

Добавляют следующее количество катализатора: 0,3 г оксида меди(II) (4.2.1) или от 0,9 г до 1,2 г пентагидрата сульфата меди(II) (4.2.2).

Добавляют 25 мл серной кислоты (4.3) на первый грамм сухого вещества пробы для анализа и от 6 мл до 12 мл на каждый дополнительный грамм сухого вещества. Тщательно перемешивают, обеспечивая полное смачивание пробы для анализа.

Устанавливают колбу так, чтобы ее ось была наклонена под углом 30° - 45° к вертикали. Сохраняют колбу в таком положении на протяжении всего процесса нагрева.

Сначала умеренно нагревают колбу для предотвращения подъема пены в горло колбы или ее выброса из колбы.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Целесообразно добавить противовспенивающий агент, например, парафин (4.4).

Умеренно нагревают, перемешивая время от времени с образованием завихрения, до тех пор, пока масса не обуглится, а пена не исчезнет. Затем нагревают более интенсивно, пока жидкость не будет равномерно кипеть.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Нагрев протекает адекватно, если кипящая кислота конденсируется вверху в середине горла колбы Кьельдаля.

Избегают перегрева стенок колбы, не контактирующих с жидкостью.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Если используется открытое пламя, то такой перегрев можно предотвратить, помещая колбу на лист теплоустойчивого материала с отверстием, диаметр которого немного меньше диаметра колбы на уровне жидкости.

После того, как жидкость станет прозрачной светлого зеленовато-голубоватого цвета, нагревают еще в течение 2 ч.

Оставляют для охлаждения. Если продукт озоления начинает затвердевать, добавляют немного воды и перемешивают с образованием завихрения.

8.3.2 Перегонка аммиака

8.3.2.1 Осторожно добавляют от 250 мл до 350 мл воды для полного растворения сульфатов. При необходимости ускоряют растворение, нагревая колбу в теплой воде. Перемешивают с образованием завихрения и оставляют для охлаждения.

Добавляют немного средства для обеспечения равномерного кипения (4.12).

В случае некоторых специфических проб сульфаты могут не полностью раствориться в добавленной воде. В этом случае рекомендуется повторить озоление с меньшей массой сульфата калия (4.1).

8.3.2.2 Отбирают пипеткой в колбу для улавливания аппарата для перегонки 25 мл серной кислоты (4.8.1), выбирая концентрацию в соответствии с ожидаемым содержанием азота в пробе для анализа. Добавляют от 100 мл до 150 мл воды. Добавляют несколько капель смешанного индикатора (4.10). Продолжают в соответствии с 8.3.2.4.

8.3.2.3 Альтернативно переносят в колбу для улавливания от 100 мл до 250 мл борной кислоты (4.8.2). Добавляют несколько капель смешанного индикатора (4.10).

Рекомендуется одновременное титрование аммиака (см. 8.3.3.3) во время перегонки, поскольку это облегчает проверку конца перегонки.

8.3.2.4 Погружают конец холодильника в жидкость, находящуюся в колбе для улавливания, на глубину, по меньшей мере, 1 см.

Медленно по стенкам приливают в колбу для озоления 100 мл раствора гидроксида натрия (4.7).

Сразу же подсоединяют эту колбу к аппарату для перегонки.

Нагревают колбу таким образом, чтобы приблизительно 150 мл дистиллята собиралось в течение 30 мин. В конце этого периода времени проверяют pH дистиллята на конце холодильника, используя лакмусовую бумагу (4.11). Если реакция щелочная, продолжают перегонку.

ВАЖНОЕ ЗАМЕЧАНИЕ — Вынимают холодильник из жидкости непосредственно перед концом перегонки, чтобы предотвратить противоток.

В том случае, если при перегонке с использованием серной кислоты в качестве жидкости для улавливания, содержимое колбы для улавливания становится щелочным, возобновляют определение, делая соответствующие корректировки.

8.3.3 Титрование

8.3.3.1 Рекомендуется титрование с автоматическим указанием конечной точки с помощью pH-метра. В противном случае, конечная точка определяется по изменению окраски смешанного

индикатора (4.10), добавленного в 8.3.2.

8.3.3.2 В том случае, если в качестве жидкости для улавливания используется серная кислота, титруют избыток серной кислоты в колбе для улавливания раствором гидроксида натрия (4.9.1), $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л или $c(\text{NaOH}) = 0,25$ моль/л, до достижения конечной точки, определяемой по рН-метру или изменению окраски раствора с фиолетовой на зеленую.

8.3.3.3 В том случае, если в качестве жидкости для улавливания используется борная кислота, титруют аммиак серной кислотой (4.9.2), $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ моль/л или $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,125$ моль/л, до достижения конечной точки, определяемой по рН-метру или изменению окраски раствора с зеленой на фиолетовую.

Если одновременное титрование невозможно (см. 8.3.2.3), титрование следует выполнять как можно скорее после завершения перегонки, гарантируя, что температура дистиллята не превышает 25 °С. При этих условиях избегают потерь аммиака.

8.4 Контрольный опыт

Выполняют контрольный опыт, используя приблизительно 1 г сахарозы (4.5) вместо пробы для анализа.

8.5 Проверочный опыт

Выполняют проверочный опыт, определяя содержание азота в ацетанилиде (4.6.1) или триптофане (4.6.2) после добавления 1 г сахарозы (4.5).

Выбор вещества для проверочного опыта должен зависеть от способности к разложению анализируемых проб. Ацетанилид легко подвергается разложению, тогда как разложение триптофана протекает труднее.

Извлечение азота при разложении ацетанилида или триптофана должно составлять, по меньшей мере, 99,5 % для ацетанилида и, по меньшей мере, 99,0 % для триптофана.

9 Расчет и выражение результатов

9.1 Расчет содержания азота

9.1.1 Дистиллят, улавливаемый серной кислотой

При условии, что объемы серной кислоты, используемые для улавливания аммиака при определении (8.3) и контрольном опыте (8.4), равны, рассчитывают содержание азота, w_{N1} , в граммах на килограмм пробы для испытания, по следующему равенству:

$$w_{\text{N1}} = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times M}{m}$$

где

V_0 объем раствора гидроксида натрия (4.9.1), требуемый для контрольного опыта, в миллилитрах;

V_1 объем раствора гидроксида натрия (4.9.1), требуемый для определения, в миллилитрах;

c_1 концентрация раствора гидроксида натрия (4.9.1), используемого для титрования, в молях на литр;

M молярная масса азота ($M = 14$ г/моль), в граммах на моль;

m масса пробы для анализа, в граммах.

Записывают результат с точностью до 0,01 г/кг.

9.1.2 Дистиллят, улавливаемый борной кислотой

Рассчитывают содержание азота в пробе для испытания по следующему равенству:

$$w_{n2} = \frac{2(V_3 - V_2) \times c_2 \times M}{m}$$

где

- w_{n2} содержание азота в пробе для испытания, в граммах на килограмм;
- V_2 объем серной кислоты (4.9.2), требуемый для контрольного опыта, в миллилитрах;
- V_3 объем серной кислоты (4.9.2), требуемый для определения, в миллилитрах;
- M молярная масса азота ($M = 14$ г/моль), в граммах на моль;
- c_2 концентрация серной кислоты (4.9.2), используемой для титрования, в молях на литр;
- m масса пробы для анализа, в граммах.

Записывают результат с точностью до 0,01 г/кг.

9.1.3 Расчет содержания сырого белка

Содержание сырого белка может быть рассчитано в процентах или в граммах на килограмм. Рассчитывают содержание сырого белка в пробе для испытания:

$$w_n = 6,25 w_p \text{ г/кг}$$

или <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93796a4c-9f81-4dcc-8b7a-2f00fd835d30/iso-5983-1-2005>

$$w_p = 0,625 w_n \%$$

где

- w_p содержание сырого белка, выраженное в граммах на килограмм или в процентах;
- w_n содержание азота в пробе для испытания (либо w_{n1} , либо w_{n2} , см. 9.1), в граммах на килограмм.

Записывают результат с точностью до 0,01 г/кг или 0,1 %.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные в результате проведения этого межлабораторного испытания, не могут быть применены к диапазонам концентрации и матрицам, отличным от указанных здесь.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной