

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**КОРМА, КОМБИКОРМА****Метод определения лигнина**

Fodder, mixed feeds.
Method for determination of lignin

ГОСТ
26177—84

ОКСТУ 9709, 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1984 г. № 1504 срок введения установлен

с 01.07.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на корма растительного происхождения, комбикорма и устанавливает метод определения лигнина, применяемый при определении питательности рационов.

Метод основан на выделении лигнина из продукта путем кислотного гидролиза в виде нерастворимого остатка.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 4808—87, ГОСТ 13496.0—80, ГОСТ 13586.4—83, ГОСТ 13979.0—86, ГОСТ 23637—90, ГОСТ 23638—90.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:
измельчитель проб растений марки МПР-2 или соломорезку марки ИСР-1 или аналогичных марок;
мельницу лабораторную марки МРП-2 или аналогичных марок;
ступку фарфоровую;
ножницы;
сито с отверстиями диаметром 1 мм;
весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;
весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие весы того же класса точности;
шкаф сушильный электрический СШ-3М или аналогичных марок;
насос водоструйный или электровакуумный с разрежением 13 Па;
печь муфельную электрическую;
щипцы для тиглей муфельные;
тигли фарфоровые № 3—4 по ГОСТ 9147—80;
плитку электрическую;
эксикатор по ГОСТ 25336—82;
стаканчики (бюксы стеклянные) диаметром 3,5, высотой 5 см с крышками по ГОСТ 25336—82;
колбы Бунзена для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336—82;

стаканы химические термостойкие вместимостью 400 см³ по ГОСТ 25336—82;
колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;
палочки стеклянные длиной 18—20 см;
колбы конические вместимостью 300, 500 см³ по ГОСТ 1770—74;
цилиндры мерные вместимостью 10, 100, 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;
воронки стеклянные диаметром 7 см по ГОСТ 25336—82;
промывалку лабораторную стеклянную или полиэтиленовую;
трубки стеклянные диаметром 9—10 мм и длиной 500—600 мм;
воронку Бюхнера диаметром 8—10 см по ГОСТ 25336—82;
карандаш восковой;
бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76 марки ФНБ;
фильтры беззолные, красная лента, диаметром 11 см;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., 72 %-ный и 75 %-ный растворы;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, х. ч. или ч. д. а., концентрированную;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., 2 %-ный раствор;
кальций хлористый технический по ГОСТ 450—77 или кальций хлористый по ТУ 6-09-4711—81, предварительно прокаленный или аналогичной квалификации;
натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч. или ч. д. а., 0,05 %-ный раствор;
ацетон по ГОСТ 2603—79;
бумагу лакмусовую синюю или универсальную;
воду дистиллированную.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа, соломы или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Корнеплоды и клубнеплоды измельчают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Трудноизмельчимый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки или витаминной муки из древесной зелени размалывают без предварительного подсушивания и просеивают через сито.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с притертой пробкой (крышкой) в сухом месте и используют для проведения испытания.

3.2. Приготовление реактива Джайме — Кнолле

Смешивают 6 объемов 75 %-ного раствора серной кислоты и 1 объем концентрированной фосфорной кислоты.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску испытуемой пробы, взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, массой 0,5—1 г в зависимости от содержания лигнина помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³. В колбу приливают 100 см³ 2 %-ного раствора соляной кислоты и тщательно перемешивают. Колбу закрывают резиновой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой и содержимое кипятят на плитке в течение 2 ч, поддерживая равномерное слабое кипение раствора. По истечении указанного времени колбу снимают с плитки, дают содержимому немного остыть и фильтруют через воронку с бумажным фильтром, диаметром 10 см. Остаток на фильтре несколько раз промывают водой до исчезновения кислой реакции промывных вод (проба по лакмусу), а затем ацетоном до тех пор, пока фильтрат не станет бесцветным. Неокрашенный остаток промывают ацетоном три раза по 15 см³. Промытый остаток гидролизуют 72 %-ным раствором серной кислоты или с помощью реактива Джайме — Кнолле.

4.2. Определение лигнина с использованием 72 %-ного раствора серной кислоты

Остаток с фильтра смывают небольшим количеством ацетона в ту же коническую колбу, в которой проводили гидролиз 2 %-ным раствором соляной кислоты. Ацетон испаряют на водяной бане при температуре 60—70 °С. В колбу с сухим остатком приливают 7 см³ 72 %-ного раствора серной кислоты. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой до образования однородной пасты и выдерживают при температуре 20—23 °С в течение 2,5 ч при периодическом перемешивании. Затем в колбу приливают 93 см³ воды, закрывают ее резиновой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой, ставят на плитку и поддерживают равномерное кипение в течение 1 ч. Раствор фильтруют под вакуумом через беззолный фильтр, помещенный на воронку Бюхнера. Фильтр предварительно высушивают в течение 1 ч при 130 °С и взвешивают вместе с бюксой.

Остаток на фильтре тщательно отмывают от кислоты горячей водой, к которой для улучшения промывки добавляют 5 г хлористого натрия на 1000 см³ воды. Качество отмывки контролируют по индикатору (лакмусу).

Фильтр с осадком переносят в бюксу, сушат при температуре 105 °С в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают вместе с бюксой. Затем фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель. Тигель необходимо предварительно прокалить в муфельной печи при температуре (525±25) °С до достижения постоянной массы. Тигель, с помещенным в него фильтром с осадком, озолотят в муфельной печи при температуре (525±25) °С до достижения постоянной массы. Тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.3. Определение лигнина по Джайме — Кнолле

Остаток с фильтром, полученный как указано в п. 4.1, переносят в стакан вместимостью 400 см³ и приливают 15 см³ реактива Джайме — Кнолле. Содержимое стакана перемешивают, чтобы фильтр с остатком весь пропитался реактивом. Затем стакан помещают в термостат при 40 °С и через 10 мин содержимое перемешивают до исчезновения кусочков фильтровальной бумаги, через 35 мин стакан вынимают и содержимое разбавляют дистиллированной водой до 200 см³, затем кипятят на плитке в течение 30 мин. После кипячения осадку дают осесть в течение 10 мин.

Фильтрование раствора и дальнейший ход анализа проводят, как указано в п. 4.2.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю лигнина в испытуемой пробе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)}{m_1} \cdot 100,$$

где m_2 — масса бюксы с фильтром и лигнином, г;

m_3 — масса бюксы с фильтром, г;

m_4 — масса тигля с золой, г;

m_5 — масса тигля, г;

m_1 — масса навески, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при анализе с использованием для гидролиза 72 %-ной серной кислоты и 0,8 % при анализе с использованием реактива Джайме — Кнолле. Результаты определения вычисляют с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Массовую долю лигнина (X_1) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X}{100 - W} \cdot 100,$$

где X — массовая доля лигнина в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.