МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Атомно-абсорбционный метод определения содержания магния

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ВНИИкормов), Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности (АООТ "ВНИИКП"), Межгосударственным техническим комитетом МТК 4 "Комбикорма, БВД, премиксы"

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 28 апреля 1998 г. № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 30502—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации 1 января 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Атомно-абсорбционный метод определения содержания магния

Fodders, mixed fodders and mixed fodder raw materials.
Atomic absorption method for determination of magnesium content

Дата введения 1999—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов, комбикормовое сырье (за исключением минерального сырья, дрожжей кормовых и паприна), муку животного происхождения и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания магния.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4140—74 Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Магния окись. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7631—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных исследований

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

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 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

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

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

ГОСТ 26226—95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой золы

Издание официальное

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб
ГОСТ 27548—97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги
ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб
ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия
ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.
ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания
ГОСТ 29229—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с
ГОСТ 29230—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные
ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания
ГОСТ 29253—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668, ГОСТ 28736.

4 Атомно-абсорбционный метод определения содержания магния

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами магния, образующимися в пламени при введении в него анализируемых растворов золы (минерализата) и растворов сравнения с известной концентрацией данного элемента. Влияние сопутствующих элементов устраняют добавлением в растворы соединений стронция.

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мельница лабораторная МРП-2.

Сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью не более ±2 °С.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Ножницы.

Мезгообразователь МЛ-1.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Тигли фарфоровые № 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Щипцы для тиглей муфельные.

Печь муфельная электрическая типа ПМ-8 или МР-64-0215 по ГОСТ 9736—68 или других аналогичных типов.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919—83 Е или других аналогичных типов.

Атомно-абсорбционные спектрофотометры марок С-115, СА 10 МП, СА 13, КАС-120.

Компрессор воздушный мембранный УТ-40, СО-45.

Лампы с полым катодом ЛСП-1.

Колбы конические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы химические 1(2)—2—50(100) по ГОСТ 25336.

Пробирки стеклянные вместимостью 20—25 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Шприц-дозатор для дозирования растворов объемом 1, 5, 10 $см^3$ с погрешностью дозирования не более 1 %.

Бюретки 1(2, 3, 6)—2—10(50) по ГОСТ 29252, ГОСТ 29253.

Воронки стеклянные лабораторные диаметром 36 мм, 56 мм по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)—2—100(1000) по ГОСТ 1770.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 4, 5)—2—2 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан бытовой в баллоне.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а, концентрированная и разбавленная дистиллированной водой 1:1 и 1:99 по объему.

Водорода пероксид 30%-ный раствор по ГОСТ 10929, х.ч., ч.д.а и раствор, разбавленный дистиллированной водой 1:9 по объему.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140, ч.д.а.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, х.ч.

Окись магния по ГОСТ 4526, ч.д.а.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный при температуре 250—300 °С в течение 2 ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 *Подготовка проб*

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Среднюю пробу сена, соломы, сенной резки, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 150 г.

Высушивают пробы в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части, перемешивают.

Концентраты, жмыхи, шроты, брикеты и гранулы размалывают без предварительного подсушивания. Размолотый материал просеивают через сито, остаток на сите измельчают, добавляют к пробе и перемешивают.

Пробы хранят в сухом месте в чистой стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой.

4.2.2 *Приготовление растворов*

Приготовление раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 10 мг/см^3

30,43 г 6-водного хлористого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют примерно в 600 см^3 дистиллированной воды, приливают 82 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки 1000 см^3 и тщательно перемешивают. Раствор хранят не более одного года.

Приготовление раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 5,5 мг/см^3

16,73 г 6-водного хлористого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют примерно в 300 см^3 дистиллированной воды, приливают 45 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки 1000 см^3 и тщательно перемешивают. Раствор хранят не более одного года.

Приготовление раствора сернокислого магния массовой концентрации магния 0,2 мг/см^3

2,028 г 7-водного сернокислого магния, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в соляной кислоте, разбавленной дистиллированной водой 1:99 и этим же раствором доводят объем до метки 1000 см^3. Или 0,332 г окиси магния, предварительно прокаленной при температуре 500 °С в течение 1—2 ч, взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 16 см^3 соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1:1, переносят в мерную колбу

вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят не более 3 мес.

Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см³ из бюретки приливают указанные в таблице 1 объемы раствора сернокислого магния массовой концентрации магния 0,2 мг/см³ (или раствор окиси магния такой же концентрации), доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1:99, и тщательно перемешивают. Растворы готовят в день проведения анализов и используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см³	Масса магния в 100 см³ раствора сравнения, мг
1	0	0
2	1	0,2
3	2	0,4
4	4	0,8
5	6	1,2
6	8	1,6
7	10	2,0

4.3 Проведение испытания

4.3.1 *Приготовление зольного раствора*

Тигель прокаливают в муфельной печи при температуре (525±25) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В тигель помещают навеску испытуемой пробы массой 0,3—3,0 г (в зависимости от ожидаемого содержания магния), взвешенную с погрешностью не более 0,001 г. Пробу помещают в тигель без уплотнения, чтобы в ее нижние слои поступал воздух. Пробой заполняют не более $^2/_3$ тигля. Затем тигель с пробой помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 200—250 °С (до появления дыма). Допускается проводить предварительное сжигание пробы у открытой дверцы муфеля, нагретого до темно-красного каления, а также на электрической плитке или газовой горелке, в вытяжном шкафу, избегая воспламенения пробы.

После прекращения выделения дыма температуру муфельной печи доводят до (525±25) °С и ведут озоление в течение 4—5 ч. Отсутствие частиц угля и равномерный серый цвет золы указывает на полное озоление материала.

При наличии несгоревших частиц тигель с золой охлаждают, прибавляют несколько капель дистиллированной воды или 1—2 см³ раствора перекиси водорода, разбавленного дистиллированной водой 1:9. Тигель с золой подсушивают на электроплитке или другим способом и помещают в муфельную печь, продолжая озоление при температуре (525±25) °С в течение 1 ч.

Тигель с золой охлаждают вначале в выключенной муфельной печи, а затем на лабораторном столе (если надо определить сырую золу, то тигли охлаждают 40—50 мин в эксикаторе). Золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 2—3 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1:1, перемешивают стеклянной палочкой, затем приливают 5—10 см³ дистиллированной воды, снова перемешивают и переносят не фильтруя через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³. Тигель и воронку тщательно обмывают, раствор доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и осадку дают отстояться. Одновременно проводят в двух параллельных определениях контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия навески.

Примечание — Для определения магния допускается использовать сырую золу, полученную по ГОСТ 26226.

При анализе проб костной, мясо-костной или рыбной муки сырую золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды и несколькими каплями азотной кислоты, затем приливают 5 см³ 10%-ной соляной кислоты, доводят до кипения и переносят не фильтруя через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³. Тигель и воронку тщательно обмывают дистиллированной водой и доводят раствор в колбе водой до метки, тщательно перемешивают, осадку дают отстояться.

4.3.2 *Фотометрирование растворов с использованием воздушно-ацетиленового пламени*

После подготовки прибора к работе проводят фотометрирование растворов сравнения в порядке возрастания концентрации магния, а затем фотометрирование зольных растворов, включая контрольный опыт.

В пробирки, стаканы или конические колбы пипеткой или шприц-дозатором отбирают растворы сравнения и зольные растворы по 1 см^3, не взмучивая осадка. Затем из бюретки или дозатором приливают 10 см^3 раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 5,5 мг/см^3 и перемешивают. Допускается пропорциональное изменение объемов раствора золы, растворов сравнения и растворов хлористого стронция при погрешности дозирования не более 1 %. Наконечник горелки устанавливают параллельно лучу лампы с полым катодом.

Если показания прибора при анализе раствора золы превышают показания раствора сравнения № 7 в соответствии с таблицей 1, то зольный раствор разбавляют раствором соляной кислоты, разбавленной 1:99, и перемешивают. Затем 1 см^3 полученного зольного раствора помещают в пробирку, приливают 10 см^3 раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 5,5 мг/см^3, перемешивают и повторяют измерение. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт в двух параллельных определениях.

4.3.3 *Фотометрирование растворов с использованием воздушно-пропан-бутанового пламени*

В пробирки, стаканы или конические колбы пипеткой или шприц-дозатором отбирают по 5 см^3 растворов сравнения и испытуемых зольных растворов. Приливают из бюретки или дозатором по 5 см^3 раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 10 мг/см^3, перемешивают. Допускается пропорциональное изменение объемов раствора золы, растворов сравнения и раствора хлористого стронция при погрешности дозирования не более 1 %.

Приготовленные растворы вводят в окислительное воздушно-пропан-бутановое пламя и измеряют поглощение света по аналитической линии 285,2 нм. Наконечник горелки устанавливают под углом 30° к лучу лампы с полым катодом.

При необходимости зольный раствор разбавляют раствором разбавленной соляной кислоты (1:99) и перемешивают. Затем 5 см^3 разбавленного зольного раствора помещают в пробирку, приливают 5 см^3 раствора хлористого стронция массовой концентрации стронция 10 мг/см^3, перемешивают и повторяют измерение. При таком же разбавлении повторяют и контрольный опыт в двух параллельных определениях.

4.4 Обработка результатов

По результатам фотометрирования растворов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации магния в мг в 100 см^3 раствора сравнения, на оси ординат — соответствующие им показания поглощения излучения.

Массовую долю магния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_1 - M_2) \cdot K \cdot 100}{H}, \qquad (1)$$

где M_1 — масса магния в 100 см^3 раствора золы, найденная по графику, мг;

M_2 — среднее арифметическое значение массы магния в контрольном опыте, мг;

K — коэффициент, учитывающий разбавление испытуемых растворов;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

H — масса навески, мг.

Массовую долю магния в пересчете на абсолютно сухое вещество X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \qquad (2)$$

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %, определяется по ГОСТ 27548.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

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

$$d_{абс} = 0,08\overline{X} + 0,01; \qquad (3)$$

$$D_{абс} = 0,13\overline{X} + 0,02, \qquad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях, %.

Допускаемая предельная погрешность результата анализа ($\Delta_{\Sigma\ абс}$) при односторонней доверительной вероятности $\overline{P} = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\Sigma\ абс} = 0,082\overline{X} + 0,016. \quad (5)$$

Допускается проведение анализов без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов (СО), если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой долей магния не превышает $\overline{D}$

$$\overline{D} = 0,10\ X_{атт} + 0,02, \quad (6)$$

где $\overline{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа СО от его аттестованного значения, указанного в свидетельстве, %;

$X_{атт}$ — аттестованное значение определяемого компонента, взятое из свидетельства, %.

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат единичного определения.

Контрольные анализы образцов испытуемой пробы и анализы СО проводят в двух параллельных определениях.

5 Требования техники безопасности

Все работы, связанные с приготовлением растворов кислот и их хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо строго соблюдать требования техники безопасности при работе на электроприборах, а также правила безопасности при работе с горючими газами.

МКС 65.120.19 С 19 ОКСТУ 9709, 9209

Ключевые слова: корма, комбикорма, магний, метод определения, атомно-абсорбционный спектрофотометр

gost.e-ecolog.ru