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 ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Спектрофотометрический метод определения общего содержания фосфора

Animal feeding stuffs.
Determination of total phosphorus content.
Spectrophotometric method

ГОСТ 28902—91 (ИСО 6491—80)

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.01.92

1. ОБЛАСТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на корма для животных и устанавливает спектрофотометрический метод определения общего содержания фосфора в кормах для животных.

2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Спектрофотометрический метод применяют при определении содержания фосфора во всех видах кормов для животных и особенно при проведении анализа продуктов с низким содержанием фосфора.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Испытуемую навеску корма озоляют либо путем сжигания в пламени (сухое окисление) и растворении золы в кислоте для кормов с большим содержанием органических веществ, либо минерализацией в кислоте (влажное сжигание) для кормов с содержанием неорганических веществ и жидких кормов.

Полученный кислотный раствор обрабатывают раствором молибдованадата и измеряют спектральную поглощающую способность полученного таким образом желтого раствора с помощью спектрофотометра при длине волны в 430 нм.

4. РЕАКТИВЫ

Все реактивы должны быть аналитического качества, вода должна быть дистиллированная или эквивалентной чистоты.

4.1. Карбонат кальция.

4.2. Соляная кислота, раствор молярной концентрацией $c(HCl) = 6$ моль/дм^3.

4.3. Азотная кислота, раствор молярной концентрацией $c(HNO_3) = 1$ моль/дм^3.

4.4. Азотная кислота ρ_{20} 1,38 г/см^3.

4.5. Серная кислота ρ_{20} 1,84 г/см^3.

4.6. Реактив молибдованадата, готовят следующим образом: в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 смешивают 200 см^3 раствора гептамолибдата аммония (п. 4.6.1), 200 см^3 раствора моноваданата аммония (п. 4.6.2) и 135 см^3 азотной кислоты (п. 4.4). Полученный раствор доливают водой до метки.

4.6.1. Раствор гептамолибдата аммония; готовят следующим образом:

растворяют в горячей воде 100 г гептамолибдата аммония 4-водного $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$, добавляют 10 см^3 аммиака ρ_{20} 0,91 г/см^3 и раствор доливают водой до 1 см^3.

gost.e-ecolog.ru

4.6.2. Раствор монованадата аммония; готовят следующим образом:

растворяют 2,35 г монованадата аммония (NH_4VO_3) в 400 $см^3$ горячей воды. Постоянно помешивая, медленно добавляют 20 $см^3$ разбавленной азотной кислоты (7 $см^3$ азотной кислоты (п. 4.4) с 13 $см^3$ воды). Полученный раствор доводят водой до 1 $дм^3$.

4.7. Фосфор, стандартный раствор, содержащий 1 мг/$см^3$ фосфора; готовят следующим образом:

в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют в воде 4,394 г дигидрофосфата калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного при 103 °С. Раствор доливают водой до метки.

5. АППАРАТУРА

5.1. Тигель фарфоровый для сжигания.

5.2. Печь электрическая муфельная с температурой нагрева (550±20) °С.

5.3. Колба Кьельдаля вместимостью 250 $см^3$.

5.4. Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 500 и 1000 $см^3$.

5.5. Спектрофотометр с кюветами вместимостью 25 и 30 $см^3$, снабженные пробками из матового стекла.

5.6. Пробирки стеклянные вместимостью 25 $см^3$.

5.7. Баня песчаная.

5.8. Мензурка вместимостью 250 $см^3$.

5.9. Пипетки градуированные.

5.10. Весы аналитические.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Приготовление навески пробы и подготовка раствора для испытания

В соответствии со свойством корма испытуемую пробу подготавливают по п.п. 6.1.1 или 6.1.2.

6.1.1. *Озоление навески сухим сжиганием*

Взвешивают в тигле 2,5 г пробы с погрешностью ±1 мг. Тщательно смешивают испытуемую навеску с 1 г карбоната кальция (п. 4.1). Сжигают в печи (п. 5.2) при температуре (550±20) °С до появления белой или серой золы (небольшое количество углерода не является помехой).

Переносят золу в мензурку вместимостью 250 $см^3$ (п. 5.8). Добавляют 20 $см^3$ воды и затем соляной кислоты (п. 4.2) до тех пор, пока не прекратится бурное выделение газа. Добавляют еще 10 $см^3$ соляной кислоты (п. 4.2). Мензурку помещают в песчаную баню (п. 5.7) и выпаривают до полного высушивания, чтобы получился нерастворимый кремниевый ангидрид.

К остывшему остатку добавляют 10 $см^3$ азотной кислоты (п. 4.3) и кипятят на песчаной бане в течение 5 мин, не выпаривая. Раствор кислоты профильтровывают (от осадка) в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ (п. 5.4), промывают мензурку несколько раз горячей водой и отфильтровывают промывную воду.

Раствору дают остыть, доливают водой до метки, перемешивают и снова отфильтровывают.

6.1.2. *Озоление влажным способом (для неорганических соединений и жидких кормов)*

Взвешивают 1 г или более пробы корма с погрешностью ±1 мг. Испытуемую навеску помещают в колбу Кьельдаля (п. 5.3), добавляют 20 $см^3$ серной кислоты (п. 4.5), встряхивают так, чтобы содержимое полностью смешалось с кислотой и чтобы избежать прилипания содержимого к стенкам колбы. Смесь кислоты с навеской кипятят в течение 10 мин. Раствору дают слегка остыть, добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты (п. 4.4), осторожно нагревают и затем раствору дают слегка остыть. Затем снова добавляют немного азотной кислоты (п. 4.4) и раствор доводят до кипения.

Процедуру повторяют до тех пор, пока не получится бесцветный раствор. Затем раствор охлаждают, добавляют немного воды и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ (п. 5.4). Колбу Кьельдаля промывают горячей водой, которую также отфильтровывают в колбу. Раствору дают остыть, доливают водой до метки, перемешивают и снова фильтруют.

6.2. Получение окраски и измерение спектральной поглощающей способности раствора

Разбавляют кратно определенное количество полученного фильтрата (п. 6.1.1 или 6.1.2) водой, чтобы получить концентрацию фосфора не более 40 мг/$см^3$. Переносят с помощью пипетки (п. 5.9)

10 см^3 этого раствора в стеклянную пробирку (п. 5.6) и добавляют с помощью другой пипетки 10 см^3 реактива молибдованадата (п. 4.6).

Перемешивают и дают постоять 10 мин при температуре 20 °С. Наливают раствор в измерительную кювету и измеряют его спектральную поглотительную способность на спектрофотометре (п. 5.5) при длине волны 430 нм, используя в качестве контрольного раствора раствор, полученный смешиванием 10 см^3 реактива молибдованадата (п. 4.6) с 10 см^3 воды.

6.3. Количество определений

Проводят два измерения на навесках корма, взятых от одной и той же отобранной пробы.

6.4. Построение градуировочного графика

6.4.1. Для построения градуировочного графика используют стандартный раствор фосфора (п. 4.7) и с помощью градуированных пипеток (п. 5.9) подготовляют рабочие растворы, содержащие соответственно 5; 10; 20; 30 и 40 мг/см^3 фосфора.

6.4.2. Наливают с помощью пипетки (п. 5.9) 10 см^3 каждого из этих растворов в серии из пяти пробирок (п. 5.6) и добавляют в каждую с помощью другой пипетки 10 см^3 реактива молибдованадата (п. 4.6).

Перемешивают и дают постоять 10 мин при 20 °С. Измеряют спектральную поглотительную способность каждого раствора, как описано в п. 6.2.

6.4.3. Строят градуировочный график, откладывая на графике спектральную поглотительную способность и соответствующую ей концентрацию фосфора во взятых рабочих растворах (п. 6.4.1). Для концентраций фосфора в пределах 0—40 мг/см^3 график должен быть линейным.

6.5. Контрольное испытание

Проводят параллельно контрольное испытание, применяя ту же процедуру испытаний, те же количества реактивов, но без испытуемой пробы корма.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю фосфора (X), выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 500 \cdot F \cdot 100}{m \cdot 10^6} = \frac{C \cdot F}{20 \cdot m},$$

где C — содержание фосфора в микрограммах на кубический сантиметр разбавленных кратных порций испытуемого раствора, полученное по градуировочному графику;

F — фактор взаимного разбавления кратных порций раствора (п. 6.2);

m — масса испытуемой навески, г (п. 6.1.1 или 6.1.2).

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений.

Результат подсчитывают до 0,01 % фосфора при массовой доле фосфора менее 3 % и до 0,1 % фосфора при массовой доле фосфора 3 % и более.

7.2. Повторяемость

Разница между результатами двух определений, проведенных сразу же одно за другим одним и тем же специалистом, не должна превышать:

3 % (относительное значение от их среднего значения) при массовой доле фосфора менее 5 %;

0,15 (абсолютное значение) при массовой доле фосфора 5 % и более.

8. ОТЧЕТ ОБ ИСПЫТАНИИ

В отчете должен быть указан применявшийся метод и полученные результаты. В нем также должны указываться все условия проведения испытаний, не обозначенные в настоящем международном стандарте, или условия, считающиеся необязательными, а также все обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

В отчете должны быть указаны все детали, необходимые для полной идентификации образца.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ВНПО «Комбикорм»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.01.91 № 65
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6491—80 и полностью ему соответствует

3. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru