МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 6491— 2016

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания фосфора спектрометрическим методом

(ISO 6491:1998,
Animal feeding stuffs — Determination of phosphorus content — Spectrometric method, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5, который выполнен Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 октября 2016 г. № 92-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 — 97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004 — 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2016 г. № 1731-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6491—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6491:1998 «Корма для животных. Определение содержания фосфора. Спектрометрический метод» («Animal feeding stuffs — Determination of phosphorus content — Spectrometric method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 10 «Корма для животных».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6) для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема: «литр» на «дециметр кубический», «миллилитр» на «сантиметр кубический» — для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001, пункт 4.14.1.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов, стандартов приведенных в библиографии соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1998 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2020

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

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, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания фосфора спектрометрическим методом

Feeds, compound feeds, feed raw materials.
Determination of phosphorus content by spectrometric method

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает спектрометрический метод определения содержания фосфора.

Метод применим к продуктам с низким содержанием фосфора [менее 5 % (50 г/кг) фосфора]. Для продуктов с высоким содержанием фосфора следует применять гравиметрический метод с использованием, например, фосфомолибдата хинолина.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения):

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 6498:1998[1)], Animal feeding stuffs — Preparation of test sample (Корма для животных. Подготовка проб)

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в сухом озолении навески с углекислым кальцием и нагревании остатка с соляной и азотной кислотами (для органических кормов) или в мокром озолении навески смесью серной и азотной кислот (для минеральных соединений и жидких кормов). Аликвотную часть гидролизата смешивают с молибдованадатным реактивом и измеряют оптическую плотность полученного желтого раствора при длине волны 430 нм.

4 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

4.1 Вода не ниже 3-й степени чистоты в соответствии с ISO 3696

4.2 Кальций углекислый.

4.3 Кислота соляная, $c(HCl) \approx 6$ моль/дм^3.

4.4 Кислота азотная, $c(HNO_3) \approx 1$ моль/ дм^3.

4.5 Кислота азотная, $c(HNO_3) = 14$ моль/дм^3, $\rho(HNO_3) \approx 1{,}40$ г/см^3.

4.6 Кислота серная, $c(H_2SO_4) = 18$ моль/дм^3, $\rho(H_2SO_4) \approx 1{,}84$ г/см^3.

[1)] Заменен на ISO 6498:2012.

Издание официальное

4.7 Раствор гептамолибдата аммония

Растворяют в горячей воде 100 г тетрагидрата гептамолибдата аммония [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$]. Добавляют 10 см^3 гидроксида аммония [$c(NH_4OH)$ = 14 моль/дм^3, $\rho(NH_4OH)$ = 0,91 г/см^3] и разбавляют водой до 1 дм^3.

4.8 Раствор ванадата аммония

Растворяют 2,35 г ванадата аммония (NH_4VO_3) в 400 см^3 горячей воды. Постоянно помешивая, медленно добавляют 7 см^3 азотной кислоты (см. 4.5) и разбавляют водой до 1 дм^3.

4.9 Молибдованадатный реактив

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 смешивают 200 см^3 гептамолибдата аммония (см. 4.7), 200 см^3 раствора ванадата аммония (см. 4.8) и 135 см^3 азотной кислоты (см. 4.5). Разбавляют до метки водой. Если присутствуют нерастворенные частицы, раствор фильтруют.

4.10 Раствор сравнения

Разводят 10 см^3 молибдованадатного реактива (см. 4.9) с 10 см^3 воды.

4.11 Стандартный раствор фосфора, $\rho(P)$ = 1 мг/ см^3

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют в воде 4,394 г дигидрофосфата калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного при температуре 103 °С в течение 1 ч. Объем раствора доводят до метки водой.

5 Оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование.

5.1 Тигли для озоления из керамики или фарфора.

5.2 Печь электрическая муфельная, поддерживающая температуру (550 ± 20) °С.

5.3 Колба Кьельдаля вместимостью 250 см^3.

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

5.5 Спектрофотометр, снабженный 10 мм кюветами, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 430 нм.

5.6 Пробирки стеклянные вместимостью от 25 до 30 см^3 со стеклянными пробками.

5.7 Баня песчаная.

5.8 Стакан вместимостью 250 см^3.

5.9 Пипетки градуированные.

6 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного настоящим стандартом. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 6497 [4].

Важно, чтобы лаборатория получила действительно представительную пробу, которая не была повреждена или изменена при транспортировании или хранении.

7 Подготовка проб для испытаний

Подготовку проб для испытаний проводят в соответствии с ISO 6498.

Если продукт твердый, лабораторную пробу (обычно 500 г) измельчают так, чтобы она проходила полностью через сито с размером отверстий 1 мм. Тщательно перемешивают.

8 Методы

8.1 Выбор метода

Если анализируемая проба содержит органические вещества и свободна от фосфатов, переходящих в нерастворимое состояние при озолении, испытания проводят в соответствии с 8.2.

Если анализируемая проба представляет собой минеральные смеси или жидкие корма, испытания проводят в соответствии с 8.3.

8.2 Сухое озоление

Взвешивают около 2,5 г подготовленной анализируемой пробы с точностью до 1 мг в тигеле для озоления (см. 5.1).

Навеску смешивают с 1 г углекислого кальция (см. 4.2). Озоление проводят в муфельной печи (см. 5.2), нагретой до температуры 550 °С, до получения белого или серого цвета золы (допускается небольшое количество угля). Переносят золу в стакан вместимостью 250 $см^3$ (см. 5.8) с 20—50 $см^3$ воды. Добавляют соляную кислоту (см. 4.3) до тех пор, пока кипение не прекратится. Добавляют еще 10 $см^3$ соляной кислоты (см. 4.3).

Стакан ставят на песчаную баню (см. 5.7) и выпаривают раствор досуха, чтобы получить не растворенный в соляной кислоте остаток. Дают остыть. Добавляют к остатку 10 $см^3$ азотной кислоты (см. 4.4) и кипятят на песчаной бане в течение 5 мин, не доводя до полного испарения.

Переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ (см. 5.4), ополаскивая стакан несколько раз горячей водой. Дают остыть, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Далее продолжают испытания по 8.4.

8.3 Мокрое озоление

Взвешивают 1 г анализируемой пробы с точностью до 1 мг.

Навеску помещают в колбу Кьельдаля (см. 5.3), добавляют 20 $см^3$ серной кислоты (см. 4.6). Встряхивают, чтобы частицы вещества полностью пропитались кислотой и чтобы предотвратить их прилипание к стенкам колбы. Нагревают и кипятят в течение 10 мин.

Дают немного остыть. Добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты (см. 4.5), немного подогревают, затем остужают. Добавляют немного азотной кислоты (см. 4.5) и доводят до кипения.

Повторяют эту процедуру до тех пор, пока раствор не обесцветится.

Охлаждают, добавляют немного воды и декантируют жидкость в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ (см. 5.5), ополаскивая колбу Кьельдаля горячей водой.

Дают раствору остыть, добавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют.

8.4 Окрашивание раствора и измерение оптической плотности

Аликвотную часть фильтрата, полученного по 8.2 или 8.3, разбавляют водой так, чтобы получить концентрацию фосфора не более 40 мг/$см^3$.

Переносят пипеткой (см. 5.9) 10 $см^3$ этого раствора в пробирку (см. 5.6). Добавляют с помощью другой пипетки 10 $см^3$ молибдованадатного реактива (см. 4.9).

Перемешивают и оставляют не менее чем на 10 мин при температуре 20 °С.

Часть полученного раствора переносят в измерительную ячейку и измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре (см. 5.5) при длине волны 430 нм относительно раствора сравнения (см. 4.10).

8.5 Построение градуировочного графика

8.5.1 Используя стандартный раствор фосфора (см. 4.11), с помощью градуированной пипетки (см. 5.9) готовят градуировочные растворы с содержанием фосфора 5, 10, 20, 30 и 40 мг/$см^3$ соответственно.

8.5.2 Переносят с помощью пипетки (см. 5.9) 10 $см^3$ каждого из этих растворов в пять пробирок (см. 5.6). Добавляют с помощью другой пипетки 10 $см^3$ молибдованадатного реактива (см. 4.9). Перемешивают и оставляют не менее чем на 10 мин при температуре 20 °С. Измеряют оптическую плотность каждого раствора, как указано в 8.4.

8.5.3 Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание фосфора в градуировочных растворах в микрограммах на сантиметр кубический (см. 8.5.1), по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

8.6 Контрольное испытание

Параллельно проводят контрольное испытание, используя те же процедуры и те же количества реактивов, но без анализируемой пробы.

9 Обработка результатов

Содержание фосфора в анализируемой пробе W_P, г/кг, вычисляют по формуле

$$W_P = \frac{50 \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot w_{Pc} \cdot V}{m}, \quad (1)$$

где f_1 — коэффициент разбавления аликвотной части (см. 8.4);

f_2 — поправочный коэффициент, г/мг ($f_2 = 10^{-3}$ г/мг);

w_{Pc} — содержание фосфора в разбавленной аликвотной части раствора, определенное по градуировочному графику, мкг/см^3 (см. 8.5.3);

V — объем градуировочного раствора, взятый по 8.5.2, см^3 ($V = 10$ см^3);

m — масса навески, г (см. 8.2 или 8.3).

Результат записывают в граммах на килограмм до первого десятичного знака.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Сведения о межлабораторных испытаниях по точности метода приведены в приложении А. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам концентраций и материалам, которые в настоящем стандарте не указаны.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя отдельными независимыми результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных анализируемых пробах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использовавшим одно и то же оборудование, в течение короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать 1 г/кг.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами единичных испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных анализируемых пробах в разных лабораториях разными операторами, использующими разное оборудование, будет не более чем в 5 % случаев превышать 7 г/кг.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все подробности работы, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, вместе с подробной информацией о любых случаях, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный результат испытания; или
- окончательный результат испытания, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания были организованы ISO/TC 34/SC 10 «Корма для животных» в 1987 г. и проводились в соответствии с ISO 5725 [1][1)].

Окончательный статистический анализ проводился в соответствии с ISO 5725-2 [3]. В этих испытаниях участвовали 24 лаборатории. Были исследованы образцы кукурузного глютенового корма, готового комбикорма, рыбной муки, комбикормов-концентратов (двух видов), премиксов и дрожжей.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний

Параметр	Образец[1)]						
	1	2	3	4[2)]	5	6	7
Число лабораторий после удаления выбросов	24	24	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания фосфора, г/кг[3)]	28	5,4	9,2	80,1	27,4	22,5	11,4
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), г/кг	0,40	0,32	0,11	1,48	0,75	0,30	0,24
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,4	5,9	1,2	1,9	2,7	1,3	2,1
Предел повторяемости (r) [$r = 2{,}8 \cdot s_r$], г/кг	1,12	0,90	0,31	4,14	2,10	0,84	0,67
Стандартное отклонение воспроизводимости (S_R), г/кг	2,6	3,0	1,9	14,5	4,1	2,0	1,4
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	9,4	55,3	21,1	18,1	14,9	8,7	12,3
Предел воспроизводимости (R) [$R = 2{,}8 \cdot S_R$], г/кг	7,28	8,40	5,32	40,60	11,48	5,60	3,92

[1)] Образец 1: рыбная мука;
Образец 2: кукурузный глютеновый корм;
Образец 3: дрожжи;
Образец 4: премикс;
Образец 5: комбикорм-концентрат;
Образец 6: комбикорм-концентрат;
Образец 7: готовый комбикорм.

[2)] Так как содержание фосфора было вне пределов метода, результаты не были включены в расчет прецизионности по разделу 10.

[3)] В пересчете на сухое вещество.

[1)] ISO 5725:1986 (отменен) был использован для проверки прецизионности.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов, стандартов приведенных в библиографии межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
ISO 6498:1998	MOD	ГОСТ 31218—2003 (ИСО 6498:1998) «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб»[1)]
ISO 5725-2:1994	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения»
ISO 6497:2002	IDT	ГОСТ ISO 6497—2014 «Корма. Отбор проб»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

[1)] Действует ГОСТ ISO 6498:2014 «Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний», идентичный ISO 6498:2012.

Библиография

[1] ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standardtest method by inter-laboratory tests (Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытания по межлабораторным испытаниям)

[2] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[3] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[4] ISO 6497:2002, Animal feeding stuffs — Sampling (Корма для животных. Отбор проб)

УДК 636.085.3:006.35 МКС 65.120

Ключевые слова: корма для животных, комбикорма, комбикормовое сырье, испытание, определение содержания, фосфор, спектрометрический метод

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 06.05.2020. Подписано в печать 04.06.2020. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ ISO 6491—2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение содержания фосфора спектрометрическим методом

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2026 г.)

gost.e-ecolog.ru