ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51420— 99 (ИСО 6491—98)

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Спектрометрический метод определения массовой доли фосфора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № М98 42 002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 575-ст

4 Настоящий стандарт, за исключением 2, 5.2, 5.4, 6, представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6491—98 «Корма для животных. Определение содержания фосфора. Спектрометрический метод»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2020 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© ИПК Издательство стандартов, 2001
© Стандартинформ, оформление, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Спектрометрический метод определения массовой доли фосфора

Feeds, mixed feeds and raw material.
Spectrometric method for determination of mass fraction of phosphorus

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов, комбикормовое сырье и устанавливает спектрометрический метод определения массовой доли фосфора.

Метод применим к кормам с содержанием фосфора менее 50 г/кг. Он особенно подходит для анализа продуктов с относительно низким содержанием фосфора. Для продуктов с более высоким содержанием фосфора следует применять гравиметрический метод, используя хинолин фосфомолибдат.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51419 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб[1)]

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Навеску испытуемой пробы озоляют в присутствии извести и экстрагируют кислотой при нагревании (для кормовых средств, представляющих органическое вещество) или озоляют мокрым способом смесью серной и азотной кислот (для минерального сырья и жидких кормов). Аликвотную часть кислого раствора смешивают с молибдованадатным реактивом и измеряют поглощение полученного окрашенного в желтый цвет раствора при длине волны 430 нм.

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

Издание официальное

4 Реактивы

Используют реактивы квалификации х. ч. и ч. д. а.

4.1 Вода по ГОСТ Р 52501.

4.2 Кальций углекислый.

4.3 Кислота хлористоводородная, молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/дм^3.

4.4 Кислота азотная молярной концентрации c (HNO_3) = 1 моль/дм^3.

4.5 Кислота азотная молярной концентрации c (HNO_3) = 14 моль/дм^3, ρ(HNO_3) = 1,40 г/см^3.

4.6 Кислота серная молярной концентрации c (H_2SO_4) = 18 моль/дм^3, ρ(H_2SO_4) = 1,84 г/см^3.

4.7 Раствор гептамолибдата аммония.

В горячей воде растворяют 100,0 г 4-водного гептамолибдата аммония [$(NH_4)Mo_7O_{24}4H_2O$]. Добавляют 10 см^3 аммиака молярной концентрации [c (NH_4OH) = 14 моль/дм^3, ρ(NH_4OH) = 0,91 г/см^3] и разбавляют водой до 1000 см^3.

4.8 Раствор монованадата аммония.

В 400 см^3 горячей воды растворяют 2,35 г монованадата аммония (NH_4VO_3). При постоянном помешивании медленно добавляют 7 см^3 азотной кислоты и разбавляют до 1000 см^3 водой.

4.9 Молибдованадатный реактив.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 смешивают 200 см^3 раствора гептамолибдата аммония, 200 см^3 раствора монованадата аммония и 135 см^3 азотной кислоты. Объем раствора доводят до метки водой. Если раствор мутный, его фильтруют.

4.10 Раствор сравнения (нулевой раствор).

10 см^3 молибдованадатного реактива разбавляют 10 см^3 воды.

4.11 Стандартный раствор фосфора массовой концентрации ρ(P) = 1 мг/см^3.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в воде 4,394 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного при 103 °С в течение 1 ч. Объем раствора доводят до метки водой.

5 Средства контроля

Используют обычное лабораторное оборудование.

5.1 Тигли для озоления кварцевые или фарфоровые.

5.2 Печь электрическая муфельная, обеспечивающая поддержание температуры (550 ± 20) °С.

5.3 Колба Кьельдаля вместимостью 250 см^3.

5.4 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 500 и 1000 см^3, с допускаемой относительной погрешностью ± 0,2 %.

5.5 Спектрометр с кюветами длиной просвечиваемого слоя 10 мм и обеспечивающий измерения при длине волны 430 нм.

5.6 Пробирки стеклянные вместимостью 25—30 см^3 со стеклянными притертыми пробками.

5.7 Баня песчаная.

5.8 Пипетки градуированные.

6 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

Важно, чтобы в лабораторию поступила действительно представительная проба без повреждений или изменений при транспортировании или хранении.

7 Подготовка испытуемых проб

Испытуемую пробу готовят по ГОСТ Р 51419.

Если анализируемый продукт представляет твердое вещество, лабораторную пробу (обычно 500 г) размалывают до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Тщательно перемешивают.

8 Проведение испытания

8.1 Выбор способа озоления

Если испытуемая проба содержит органические вещества и свободна от фосфатов, переходящих в нерастворимое состояние при озолении, озоление проводят по 8.2.

Если испытуемая проба представляет минеральное соединение или жидкое кормовое средство, ее озоляют по 8.3.

8.2 Сухое озоление

На весах 2-го класса точности взвешивают навеску испытуемой пробы массой около 2,5 г и помещают в тигель для озоления. Навеску тщательно перемешивают с 1 г углекислого кальция. Озоляют в муфельной печи при температуре 550 °С до получения золы белого или серого цвета (небольшое количество угля не оказывает влияния на результат). Золу переносят, используя 20— 50 $см^3$ воды, в химический стакан вместимостью 250 $см^3$. Приливают хлористоводородную кислоту до прекращения выделения пузырьков газа, после чего добавляют еще 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты. Стакан помещают на песчаную баню и его содержимое выпаривают досуха, чтобы перевести кремний в нерастворимое состояние. Затем стакан охлаждают, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты и кипятят на песчаной бане в течение 5 мин, не допуская при этом выпаривания содержимого досуха. Жидкость декантируют в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, стакан несколько раз ополаскивают водой. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Далее поступают по 8.4.

8.3 Мокрое озоление

На весах 2-го класса точности взвешивают навеску испытуемого образца массой около 1 г и помещают в колбу Кьельдаля. Добавляют 20 $см^3$ серной кислоты. Перемешивают, чтобы полностью смочить навеску кислотой и предотвратить прилипание частичек образца к стенкам колбы. Колбу нагревают до кипения и поддерживают это состояние в течение 10 мин. Затем колбу слегка охлаждают и в нее добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, осторожно нагревают и опять слегка охлаждают. Добавляют еще немного азотной кислоты и опять нагревают до кипения. Эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость в колбе станет бесцветной. После этого колбу охлаждают, добавляют немного воды и жидкость декантируют в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. Колбу Кьельдаля ополаскивают горячей водой и сливают в ту же мерную колбу. Раствор охлаждают, разбавляют до метки водой, перемешивают и фильтруют.

8.4 Окрашивание и измерение поглощения окрашенного раствора

Аликвотную часть полученного раствора (8.2 или 8.3) разбавляют водой с таким расчетом, чтобы получить раствор с содержанием фосфора не более 40 $мкг/см^3$. При помощи пипетки 10 $см^3$ этого раствора переносят в пробирку. При помощи другой пипетки в пробирку добавляют 10 $см^3$ молибдованадатного реактива. Перемешивают и оставляют на не менее чем 10 мин при 20 °С.

Часть полученного раствора переносят в измерительную кювету и измеряют поглощение окрашенного раствора на спектрометре при длине волны 430 нм относительно раствора сравнения.

8.5 Построение градуировочной кривой

8.5.1 Используя стандартный раствор фосфора, готовят растворы, содержащие фосфора 5, 10, 20, 30 и 40 $мкг/см^3$ соответственно.

8.5.2 При помощи пипеток переносят 10 $см^3$ каждого из этих растворов в серию из пяти пробирок. В каждую пробирку добавляют 10 $см^3$ молибдованадатного реактива. Перемешивают и оставляют на не менее чем 10 мин при 20 °С. Измеряют поглощение каждого раствора по 8.4.

8.5.3 Строят градуировочный график, откладывая значения поглощения стандартных растворов фосфора против соответствующего содержания в них фосфора в $мкг/см^3$. При содержании фосфора между 0 и 40 $мкг/см^3$ график должен быть линейным.

8.6 Холостое определение

Одновременно с анализом испытуемого образца проводят холостое определение, используя те же процедуры и те же количества реактивов (исключая взятие навески испытуемого образца).

9 Обработка результатов

Массовую долю фосфора в испытуемой пробе $W_ф$, г/кг, вычисляют по формуле

$$W_ф = \frac{50 f_1 f_2 w_{фс} V}{m}, \quad (1)$$

где f_1 — соответствующий коэффициент разбавления аликвотной части зольного раствора;

f_2 — коэффициент пересчета граммов в миллиграммы ($f_2 = 10^{-3}$ г/мг);

$w_{\Phi c}$ — содержание фосфора в разбавленной аликвотной части зольного раствора, найденное по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — объемы градуировочных растворов, взятых для окрашивания в 8.5.2, см^3 (V = 10 см^3);

m — масса навески (8.2 или 8.3), г.

Результаты вычисляют с точностью 0,1 г/кг.

10 Точность

10.1 Межлабораторный опыт

Результаты межлабораторного опыта по определению точности метода обобщены в приложении А. Данные, полученные в этом межлабораторном опыте, неприменимы для других диапазонов концентрации фосфора и другой матрицы, чем приведенные в приложении А.

10.2 Сходимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в той же лаборатории тем же оператором при использовании того же оборудования за короткий промежуток времени, в более чем 5 % случаев не должна превышать 1 г/кг.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, в более чем 5 % случаев не должна превышать 7 г/кг.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- метод отбора пробы, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все процедуры, не устанавливаемые настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, и любые факторы, которые могли влиять на результаты испытания;
- полученный результат испытания или,
- если контролировалась сходимость, конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного опыта

Межлабораторный опыт организован ИСО/ТК 34/ПК 10 «Корма для животных» в 1987 году. В этом опыте участвовало 24 лаборатории; исследовались образцы корма из клейковины зерна, комбикорма, рыбной муки, комбикормового концентрата (два вида), премикса и дрожжей.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторного опыта

Параметр	Рыбная мука	Корм из клейковины зерна	Дрожжи	Премикс[1)]	Комбикормовый концентрат	Комбикормовый концентрат	Комбикорм
Количество лабораторий, оставшихся после исключения анормальных результатов	24	24	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания фосфора в сухом веществе, г/кг	28	5,4	9,2	80,1	27,4	22,5	11,4
Среднее квадратическое отклонение сходимости (S_r), г/кг	0,40	0,32	0,11	1,48	0,75	0,30	0,24
Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости, %	1,4	5,9	1,2	1,9	2,7	1,3	2,1
Значение норматива сходимости (r) ($r = 2{,}8 \cdot S_r$), г/кг	1,12	0,90	0,31	4,14	2,10	0,84	0,67
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости (S_R), г/кг	2,6	3,0	1,9	14,5	4,1	2,0	1,4
Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, %	9,4	55,3	21,1	18,1	14,9	8,7	12,3
Значение норматива 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)] Поскольку содержание фосфора более, чем предусмотрено методом, результаты не использовались при вычислении данных точности.

Библиография

[1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120

Ключевые слова: корма, сухое озоление, мокрое озоление, молибдованадатный реактив, спектрометрический метод, точность

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 27.07.2020. Подписано в печать 30.09.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru