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
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 международного 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, пункт 4.14.1.

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 межгосударственные стандарты, которые являются обязательными. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его 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, 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

* Стандарт заменен на ISO 6498:2012, однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

Издание официальное

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.

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 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 испытаний»
ISO 6497—2002	IDT	ГОСТ ISO 6497—2014 «Корма. Отбор проб»
ISO 6498:1998	MOD	ГОСТ 31218—2003 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб»
ISO 6498:2012	IDT	ГОСТ ISO 6498—2014 «Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний»
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»

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

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

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 IDT

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

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 11.11.2016. Подписано в печать 25.11.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 36 экз. Зак. 2964.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru