МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33445— 2015

СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ВЕТЕРИНАРНОГО ПРИМЕНЕНИЯ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

Определение массовой доли кобальта методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97	Код страны по МК (ISO 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 ноября 2015 г. № 1807-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33445—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 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

МКС 11.220, 65.120

Поправка к ГОСТ 33445—2015 Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли кобальта методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.1, первое перечисление	с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой поверочного деления 0,1 мг;	с действительной ценой деления шкалы не более 0,1 мг;
Пункт 5.2.1, второй абзац, первое перечисление	от 20 °С до 30 °С;	от 15 °С до 35 °С;
третье перечисление	от 40 % до 80 %;	от 20 % до 80 %;

(ИУС № 12 2019 г.)

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

СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ВЕТЕРИНАРНОГО ПРИМЕНЕНИЯ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ
Определение массовой доли кобальта методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии

Medical remedies for veterinary use, feed and feed additives.
Detection of mass fraction of cobalt by electrothermal atom absorbtion spectrometric method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лекарственные средства для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки и устанавливает метод электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовых долей (содержаний) кобальта в диапазоне измерений от 0,50 до 5,00 млн$^{-1}$ (от 0,50 до 5,00 мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.2.085—2002 Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности

ГОСТ OIMLR 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний**

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения***

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*[4]

ГОСТ ISO 6497—2014 Корма для животных. Отбор образцов*[5]

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*[6]

---

[*] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

**В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

***В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

*[4] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

*[5] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 6497—2011 «Корма для животных. Отбор проб».

*[6] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31929—2013 Средства лекарственные для ветеринарного применения. Правила приемки, методы отбора проб

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на получении минерализата, содержащего кобальт, в результате кислотной минерализации пробы в закрытой системе для разложения проб в микроволновой печи, с последующим отделением от него матричных компонентов в графитовой печи способом термической отгонки в атмосфере инертного газа, измерением атомного поглощения кобальта с помощью атомно-абсорбционного спектрометра, определением массовой концентрации кобальта с помощью градуировочного графика и последующим вычислением массовой доли (содержания) кобальта в пробе.

4 Средства измерений, аппаратура, посуда, материалы и реактивы

4.1 Для определения массовой доли кобальта применяют следующие средства измерений, аппаратуру, посуду, материалы и реактивы:

- весы лабораторные по ГОСТ OIMLR 76-1 специального или высокого класса точности с максимальной нагрузкой не более 210 г и пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г или весы лабораторные по ГОСТ 24104, специального или высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой поверочного деления 0,1 мг;
- спектрометр атомно-абсорбционный с электротермическим атомизатором, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный спектральной лампой, автосамплером и программным обеспечением;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 $дм^3$;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки проб с мощностью 1600 ватт и частотой магнетрона 220—240V/50 Гц, укомплектованную сосудами для разложения проб и датчиками контроля давления и температуры;
- образец государственный стандартный (ГСО) состава раствора кобальта с массовой концентрацией 0,05 или 1,00 $мг/см^3$, относительной погрешностью аттестованного значения концентрации не более ± 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$;
- воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336;
- емкости полимерные вместимостью 25, 50, 250 и 1000 $см^3$ с плотно завинчивающимися крышками;
- колбы мерные 1—25(50,100, 500)—2 по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные 1—2—1—1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227;
- цилиндры мерные 1-50-1 по ГОСТ 1770;
- фильтры обеззоленные «Синяя лента», диаметром от 7 до 11 см.

4.2 Для определения массовой доли кобальта применяют следующие реактивы:

- воду бидистиллированную по ГОСТ ИСО 3696, 2-й степени чистоты;
- карбамид по ГОСТ 6691;
- кислоту азотную по ГОСТ 11125, ос.ч.;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, х. ч.;
- модификатор магниевый (магний азотнокислый 6-водный) с концентрацией магния 10 $г/дм^3$;
- модификатор палладиевый с концентрацией палладия 10 $г/дм^3$.

4.3 Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также аппаратуры, реактивов и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

5 Подготовка к проведению измерения

5.1 Отбор проб

5.1.1 Отбор проб кормов и кормовых добавок проводят в соответствии с ГОСТ ISO 6497.

5.1.2 Отбор проб лекарственных средств для ветеринарного применения проводят по ГОСТ 31929.

5.2 Условия выполнения измерений и требования безопасности

5.2.1 Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... от 20ºС до 30ºС;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха..... от 40 % до 80 %;
- напряжение в питающей электросети..... от 200 до 240 В.

5.2.2 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

5.2.3 При проведении измерений соблюдают требования ГОСТ 12.2.085.

5.2.4 Помещения, в которых проводят измерение и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

5.2.5 При выполнении измерений на атомно-абсорбционном спектрометре следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019, пожаровзрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.018 и инструкции по эксплуатации прибора.

5.2.6 К выполнению измерений на атомно-абсорбционном спектрометре допускаются лица, владеющие техникой атомно-абсорбционного анализа, изучившие инструкции по эксплуатации применяемой аппаратуры.

5.3 Приготовление растворов

5.3.1 Приготовление раствора нитрата палладия с массовой концентрацией 3 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 30 см^3 раствора палладиевого модификатора, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

5.3.2 Приготовление раствора нитрата магния с массовой концентрацией 2 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20 см^3 раствора магниевого модификатора (магний азотнокислый 6-водный), доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

5.3.3 Приготовление раствора палладий-магниевого модификатора

Раствор палладий-магниевого модификатора готовят путем смешивания равных объемов раствора нитрата палладия по 5.3.1 и раствора нитрата магния по 5.3.2.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

5.3.4 Приготовление 2%-ного раствора мочевины

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2 г карбамида, добавляют бидистиллированную воду, перемешивают до полного растворения и доводят до метки.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

5.3.5 Приготовление фонового раствора азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 3,6 см^3 концентрированной азотной кислоты, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают в ультразвуковой бане в течение 5 мин.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

5.3.6 Растворы по 5.3.1—5.3.5 хранят при комнатной температуре в плотно укупоренных полимерных емкостях.

5.4 Приготовление градуировочных растворов

5.4.1 Приготовление исходного раствора кобальта с массовой концентрацией 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 1,0 см^3 стандартного образца состава раствора ионов кобальта с концентрацией 0,05 мг/см^3, доводят до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.5 и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в темном месте при комнатной температуре в плотно укупоренной полимерной емкости — не более 6 мес.

5.4.2 Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией кобальта 30 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 1,5 см^3 исходного раствора кобальта по 5.4.1, доводят до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.5 и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед выполнением измерений.

5.4.3 Приготовление градуировочных растворов с массовой концентрацией кобальта 5, 10 и 20 мкг/дм^3

Градуировочные растворы с массовой концентрацией кобальта 5, 10 и 20 мкг/дм^3 готовят при помощи автосамплера путем дозирования в графитовую печь атомизатора градуировочного раствора кобальта по 5.4.2.

5.4.4 Контроль качества бидистиллированной воды и фонового раствора азотной кислоты.

Перед началом работы проверяют качество бидистиллированной воды и фонового раствора азотной кислоты по 5.3.5. Для этого последовательно дозируют в графитовую печь атомизатора одинаковые объемы бидистиллированной воды [фонового раствора азотной кислоты, разбавленного бидистиллированной водой в соотношении (2:100)], и градуировочного раствора кобальта по 5.4.2 (например, 20 мм^3) и измеряют выходной сигнал спектрометра в каждом случае.

Качество бидистиллированной воды (фонового раствора азотной кислоты) признают удовлетворительным, если отношение выходных сигналов спектрометра для бидистиллированной воды (фонового раствора азотной кислоты) и градуировочного раствора не превышает 0,05.

5.5 Градуировка прибора

Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов, приготовленных по 5.4.2 и 5.4.3.

В качестве «нулевого раствора» при проведении градуировки используют фоновый раствор азотной кислоты по 5.3.5. Растворы палладий-магниевого модификатора по 5.3.3 и мочевины по 5.3.4 вносят в градуировочные растворы автосамплером непосредственно перед введением этих растворов в атомизатор.

Приготовленные градуировочные растворы вводят в графитовую печь атомизатора с помощью автосамплера. Регистрируют атомное поглощение каждого раствора два раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений. Строят градуировочный график.

Устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации кобальта в растворе в микрограммах на кубический дециметр.

6 Порядок проведения измерения

6.1 Микроволновая минерализация проб

6.1.1 Пробы, отобранные по 5.1, измельчают в измельчителе-гомогенизаторе.

Для проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (минеральные добавки, лекарственные средства для ветеринарного применения), процедуру минерализации проводят с использованием концентрированной азотной кислоты.

Для проб с органической матрицей [белково-витаминно-минеральные концентраты (БВМК), комбикорма, корма для непродуктивных животных, лекарственные средства для ветеринарного применения] процесс минерализации проводят с использованием концентрированных соляной и азотной кислот.

6.1.2 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- от 0,2 до 0,5 г пробы с органической матрицей и от 0,8 до 1,0 г пробы с неорганической матрицей после гомогенизации помещают в сосуд для разложения проб;
- добавляют 8 см^3 концентрированной азотной кислоты к пробе с неорганической матрицей или 8 см^3 концентрированной азотной кислоты и 2 см^3 концентрированной соляной кислоты к пробе с органической матрицей, герметизируют сосуд, поместив в него датчики контроля давления и температуры;
- параллельно проводят минерализацию добавляемых к пробам реактивов для контроля их чистоты (контрольный раствор);
- помещают карусель с сосудами для разложения проб в микроволновую печь и проводят минерализацию в зависимости от выбранной программы для данного типа образца;
- по окончании минерализации сосуды охлаждают и вскрывают в соответствии с руководством (инструкцией) изготовителя микроволновой лабораторной печи.

Полученный раствор отфильтровывают через бумажный фильтр «Синяя лента», количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см^3, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.5 и тщательно перемешивают.

6.2 Измерение атомного поглощения кобальта

Атомное поглощение кобальта в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы по 6.1.2 измеряют в двух повторностях с помощью атомно-абсорбционного спектрометра. Используя установленную градуировочную характеристику по 5.5, вычисляют массовую концентрацию кобальта.

7 Обработка результатов измерения

7.1 Массовую долю (содержание) кобальта в пробе X, млн$^{-1}$ (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(C - C_0)V}{B}, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация кобальта в испытуемом растворе, найденная с помощью установленной градуировочной характеристики, мкг/дм^3;

C_0 — массовая концентрация кобальта, найденная с помощью установленной градуировочной характеристики для используемых реагентов (контроль чистоты реактивов), мкг/дм^3;

V — объем раствора пробы после минерализации по 6.1.2, дм^3;

B — масса пробы, кг.

7.2 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2|X_1 - X_2|100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты вычислений двух параллельных измерений массовой доли кобальта, млн$^{-1}$ (мг/кг);

r — значение предела повторяемости, % , указанное в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики точности метода

Диапазон определения массовой доли (содержания) кобальта,мг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U при коэффициенте охвата k = 2, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости)σ_r,%	Предел повторяемостиr, % (при P = 0,95, n = 2)	Предел воспроизводимости R, % (при P = 0,95, n = 2)
От 0,50 до 5,00 включ.	25	6	17	33

7.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1.

7.4 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0{,}01\,U\,\overline{X} \quad \text{при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов вычислений массовой доли (содержания) кобальта, признанных приемлемыми, по 7.2, млн$^{-1}$ (мг/кг);

U — значение относительной расширенной неопределенности, % (см. таблицу 1).

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности в единицах измеряемой величины (массовой доли), содержащее не более двух значащих цифр.

7.5 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности рутинного анализа с изменяющимися факторами «время» и «оператор» с использованием контрольных карт Шухарта.

УДК 619:615.355:636.087.8:006.354 МКС 11.220
65.120

Ключевые слова: средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки, определение массовой доли кобальта, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, способ микроволнового разложения проб

Редактор *А.Э. Попова*

Корректор *М.И. Першина*

Компьютерная верстка *Д.М. Кульчицкого*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 36 экз. Зак. 215.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru