ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56374— 2015

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли катионов аммония, калия, натрия, магния и кальция методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»), Обществом с ограниченной ответственностью «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ» (ООО «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 марта 2015 г. № 190-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к проведению испытаний 3
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
7 Отбор проб 4
8 Подготовка к проведению испытаний 4
9 Проведение испытаний 8
10 Обработка результатов испытаний 9
11 Контроль точности результатов испытаний 10
Приложение А (справочное) Примеры электрофореграмм 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли катионов аммония, калия, натрия, магния и кальция методом капиллярного электрофореза

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials. Determination of mass fraction of ammonium, potassium, sodium, magnesium and calcium cations using capillary electrophoresis

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма и комбикормовое сырье растительного, животного и минерального происхождения и устанавливает метод определения массовой доли катионов аммония, калия, натрия, магния и кальция с помощью капиллярного электрофореза в диапазоне от 0,01 % до 40,00 % включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1—2011 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 16317—87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

Издание официальное

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14050—93 Мука известняковая (доломитовая). Технические условия

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 21138.5—78 Мел. Метод определения массовой доли углекислого кальция и углекислого магния

ГОСТ 24596.4—81 Фосфаты кормовые. Методы определения кальция

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

ГОСТ 26570—95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кальция

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 6497—2011 Корма для животных. Отбор проб

ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

Сущность метода заключается в кислотной обработке проб, дальнейшем разделении катионов, вследствие различий их электрофоретической подвижности в процессе миграции по кварцевому капилляру в электролите под действием электрического поля, с последующей регистрацией разницы оптического поглощения электролитом и катионами в ультрафиолетовой области спектра.

4 Требования безопасности

4.1 При выполнении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ Р 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

4.2 Работа с химическими реактивами должна проводиться в вытяжном шкафу.

4.3 Помещение должно быть оснащено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009 и соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

5 Требования к проведению испытаний

5.1 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- атмосферное давление . . . . . от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение в сети . . . . . от 198 до 242 В.

5.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе обучения и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.1 Средства измерений

6.1.1 Система капиллярного электрофореза (далее — прибор) с источником высокого напряжения положительной полярности, оснащенная кварцевым капилляром с общей длиной не менее 50 см и внутренним диаметром от 50 до 75 мкм, фотометрическим или спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длине волны от 250 до 280 нм, и компьютером с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

6.1.2 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г по ГОСТ Р 53228 и весы неавтоматического действия специального класса точности с пределами допускаемой погрешности не более ± 0,0005 г (100,0 ± 0,5) мг по ГОСТ R OIML 76-1.

6.1.3 Колбы мерные 2(2а)—25(50, 100)—2 по ГОСТ 1770.

6.1.4 Цилиндры мерные 1(2,3,4)—250—2 по ГОСТ 1770.

6.1.5 Пипетки градуированные 1(2,3,5)—1(1а,2,2а)—2—1(2,5,10) по ГОСТ 29227.

6.1.6 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мм^3, 100—1000 мм^3, 1000—5000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

6.1.7 Стандартные образцы утвержденного типа состава водных растворов катионов с погрешностью аттестованного значения не более ±1 %:

- аммония массовой концентрации 1 мг/см^3;
- калия массовой концентрации 1 мг/см^3;
- натрия массовой концентрации 1 мг/см^3;
- магния массовой концентрации 1 мг/см^3;
- кальция массовой концентрации 1 мг/см^3.

Примечание — Допускается использование других средств измерений, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

6.2 Вспомогательные устройства и материалы

6.2.1 Дистиллятор или бидистиллятор, или аппарат для перегонки воды (кварцевый или стеклянный).

6.2.2 Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

6.2.3 Шкаф сушильный с рабочей температурой не ниже 150 °С и точностью поддержания температуры не более ±2 °С.

6.2.4 Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

6.2.5 Вентилятор бытовой, обеспечивающий поток теплого воздуха.

6.2.6 Пробирки однократного применения (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 см^3.

6.2.7 Виалы с завинчивающимися термостойкими крышками и фторопластовыми вкладышами вместимостью 15—25 см^3 для кислотной обработки проб.

6.2.8 Виалы с завинчивающимися крышками для хранения растворов вместимостью 10—40 см^3.

6.2.9 Емкости полиэтиленовые вместимостью 50, 100, 250 см^3.

6.2.10 Бюксы стеклянные вместимостью 10—15 см^3.

6.2.11 Стаканы В-1(2)-50(250, 500) ТХС по ГОСТ 25336.
6.2.12 Баня водяная с регулятором нагрева.
6.2.13 Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 10 (20) $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.
6.2.14 Фильтры обеззоленные «синяя лента».
6.2.15 Фильтры целлюлозно-ацетатные с размером пор 0,2 мкм и диаметром 25 мм.

Примечание — Допускается использование вспомогательного оборудования с аналогичными техническими характеристиками и материалов по качеству не ниже указанных.

6.3 Реактивы

6.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
6.3.2 Гидроокись натрия, по ГОСТ 4328, х. ч.
6.3.3 Соляная кислота по ГОСТ 3118, х. ч.
6.3.4 Винная кислота по ГОСТ 5817, ч. д. а.
6.3.5 Бензимидазол, ч., с массовой долей основного вещества не менее 99 %.
6.3.6 18-Краун-6, с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Примечание — Реактив необходимо хранить при температуре 4 °С—6 °С.

6.3.7 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.
6.3.8 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Примечание — Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации по качеству не хуже указанных.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р ИСО 6497, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 27668.

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Подготовка проб к испытанию

Подготовка проб к испытанию — по ГОСТ Р 51419.

8.2 Подготовка лабораторной посуды

8.2.1 Лабораторную посуду моют только серной (см. 6.3.7) или азотной кислотой (см. 6.3.8) без применения других моющих средств, тщательно промывают водопроводной и многократно ополаскивают дистиллированной водой (см. 6.3.1). Запрещается использовать для мытья посуды хромовую смесь.

8.2.2 Все наконечники и пробирки типа Эппендорф (см. 6.2.6) используются однократно.

8.3 Подготовка капилляра к работе

8.3.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

8.3.2 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед проведением измерений капилляр последовательно промывают дистиллированной водой (см. 6.3.1) в течение 3 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.4.2) в течение 5 мин, дистиллированной водой в течение 5 мин.

Для проверки состояния капилляра контрольный раствор (см. 8.5.5) дважды анализируют в условиях, указанных в таблице 2. При этом в первую очередь обращают внимание на стабильность времен миграции катионов.

8.3.3 Промывка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

После проведения каждого измерения капилляр промывают дистиллированной водой не менее 2 мин.

Непосредственно перед измерением капилляр промывают фоновым электролитом (см. 8.4.7) в течение 3 мин.

При работе с подготовленными пробами на электрофореграмме могут наблюдаться дрейф базовой линии и появление ступеней. В этом случае рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывания капилляра фоновым электролитом между измерениями;

- заменить фоновый электролит в пробирках на входе и на выходе другими порциями фонового электролита;

- промыть капилляр в следующей последовательности: дистиллированной водой в течение 3 мин, раствором соляной кислоты (см.8.4.3) — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.4.2) — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин и фоновым электролитом (см. 8.4.7) — 5 мин.

После завершения измерений капилляр промывают дистиллированной водой в течение 2 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.4.2) — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой.

Примечание — Допускается изменять процедуры промывки капилляра. Выбирают оптимальную по времени и по промывочным растворам процедуру подготовки капилляра между измерениями и строго ее соблюдают. Невыполнение этого условия приводит к ухудшению стабильности времен миграции определяемых компонентов.

8.4 Приготовление растворов

8.4.1 Все растворы, указанные в 8.4 готовят на дистиллированной воде (см. 6.3.1). Проверку качества дистиллированной воды проводят по 8.6.1.

Если дистиллированная вода не соответствует необходимым требованиям качества, то растворы готовят на бидистиллированной или деионизованной воде.

8.4.2 Приготовление раствора гидроксида натрия для промывки капилляра

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 2 г гидроксида натрия (см. 6.3.2) и добавляют 100 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора при комнатной температуре в полиэтиленовой емкости — не более 6 мес.

8.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты для промывки капилляра

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 дистиллированной воды, затем приливают 8 см^3 соляной кислоты (см. 6.3.3).

Срок хранения раствора при комнатной температуре не ограничен.

8.4.4 Приготовление раствора бензимидазола молярной концентрации 40 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,473 ± 0,001) г бензимидазола (см. 6.3.5), добавляют приблизительно 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают на кипящей водяной бане до полного растворения, после охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

Примечание — При пониженной температуре бензимидазол может выпадать в осадок. В этом случае перед использованием раствор рекомендуется подогреть на водяной бане до растворения осадка.

8.4.5 Приготовление раствора винной кислоты молярной концентрации 40 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (0,150 ± 0,001) г винной кислоты (см. 6.3.4), добавляют дистиллированную воду, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 5 сут.

8.4.6 Приготовление раствора 18-краун-6 молярной концентрации 10 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают (0,132 ± 0,001) г 18-краун-6 (см. 6.3.6) добавляют дистиллированную воду, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 мес.

8.4.7 Приготовление фонового электролита

В стакане вместимостью 50 см^3 смешивают 5,0 см^3 раствора бензимидазола (см. 8.4.4), 2,0 см^3 винной кислоты (см. 8.4.5), 2,0 см^3 раствора 18-краун-6 (см. 8.4.6) и 1,0 см^3 дистиллированной воды. Сразу после смешивания раствор фильтруют через целлюлозно-ацетатный фильтр в виалу.

Приготовленный раствор содержит 20 ммоль/дм^3 бензимидазола, 8 ммоль/дм^3 винной кислоты и 2 ммоль/дм^3 18-краун-6.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 5 сут.

8.4.8 Приготовление раствора соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1 по объему

В стакане вместимостью 500 см^3 смешивают 250 см^3 концентрированной соляной кислоты с равным объемом дистиллированной воды.

Срок хранения раствора при комнатной температуре не ограничен.

8.5 Приготовление градуировочных и контрольного растворов

8.5.1 Рекомендуемые значения массовой концентрации катионов градуировочных и контрольного растворов

Градуировочные и контрольный растворы аммония, калия, натрия, кальция, магния готовят по 8.5.2—8.5.5. Значения массовой концентрации катионов в растворах приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения массовой концентрации катионов в градуировочных и контрольном растворах

В миллиграммах на кубический дециметр

Наименование катиона	Массовая концентрация катионов			
	в градуировочном растворе			в контрольном растворе
	№ 1	№ 2	№ 3	
Аммоний	100	10	1,0	50
Калий	100	10	1,0	50
Натрий	100	10	1,0	50
Магний	50	5	0,5	25
Кальций	100	10	1,0	50

Допускается использование градуировочных и контрольного растворов, содержащих меньшее количество определяемых катионов в других концентрациях, соответствующих диапазону градуировочной характеристики (см. 8.6.2).

8.5.2 Приготовление градуировочного раствора № 1

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают СО состава раствора (см. 6.1.7) ионов аммония, калия, натрия, кальция по 5,0 см^3, магния — 2,5 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 мес.

8.5.3 Приготовление градуировочного раствора № 2

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 2,5 см^3 градуировочного раствора № 1 (см. 8.5.2) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 сут.

8.5.4 Приготовление градуировочного раствора № 3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 2,5 см^3 градуировочного раствора № 2 (см. 8.5.3) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 сут.

8.5.5 Приготовление контрольного раствора

В виалу вместимостью 10 см^3 помещают 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 (см. 8.5.2) и 5,0 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более одной недели.

Контрольный раствор используют для проверки работоспособности прибора и для контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.6).

8.6 Градуировка прибора и контроль стабильности градуировочной характеристики

8.6.1 Проверка качества дистиллированной воды

Регистрируют электрофореграмму дистиллированной воды, используемой для приготовления растворов в условиях анализа, указанных в таблице 2. Качество дистиллированной воды признается удовлетворительным, если на полученной электрофореграмме не обнаруживаются пики определяемых компонентов.

Если на полученной электрофореграмме дистиллированной воды наблюдаются пики с временами миграции, соответствующими временам миграции определяемых компонентов, то дистиллированную воду заменяют на бидистиллированную.

Если на полученной электрофореграмме дистиллированной воды наблюдаются обратные пики с временами миграции, соответствующими временам миграции определяемых компонентов, то следует проверить чистоту посуды, используемой для анализа, или выявить загрязненные реактивы.

Проверка качества дистиллированной воды проводится периодически при возникновении подозрения на ее непригодность и при приготовлении свежего градуировочного раствора № 1 из стандартных образцов состава раствора соответствующих катионов.

8.6.2 Градуировка прибора

Перед измерением все растворы центрифугируют в течение 5 мин со скоростью вращения 5000 об/мин.

Непосредственно перед анализом готовят капилляр в соответствии с 8.3.2. Между анализами капилляр промывают согласно 8.3.3.

Для проведения градуировки прибора регистрируют электрофореграммы градуировочных растворов, приготовленных по 8.5.2—8.5.4, в условиях, указанных в таблице 2. Рабочие параметры конкретного прибора подбирают таким образом, чтобы при измерении градуировочных растворов достигалось разделение пиков катионов с коэффициентом разделения пиков не менее одного. Длину волны детектирования, при условии возможности ее перестройки, выбирают в области 250—280 нм таким образом, чтобы высота пиков катионов в градуировочных растворах была максимальной.

Таблица 2 — Условия проведения измерений

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	250—280 (254*)
Температура, °С	20
Ввод пробы гидродинамический, мбар · с	От 150 до 450
Напряжение, кВ	От 10 до 25
* При использовании детектора, работающего на постоянной длине волны 254 нм.	

Диапазон линейности градуировочной характеристики для аммония, калия, кальция, натрия составляет 1,0—100,0 мг/дм^3, для магния — 0,5—50,0 мг/дм^3. Порядок выхода компонентов: аммоний, калий, натрий, магний, кальций.

Пример электрофореграммы градуировочного раствора приведен в Приложении А.

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков и, если необходимо, корректируют ее.

Далее обрабатывают электрофореграмму согласно процедуре градуировки в соответствии с Руководством пользователя программного обеспечения, используемого для сбора и обработки данных.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции, рассчитанное программой, более 0,99;
- относительное отклонение рассчитанных при помощи установленной градуировочной характеристики значений массовой концентрации компонента от фактического значения в каждой точке (см. таблицу 1) не превышает ±10 % или относительное среднее квадратическое отклонение не превышает 5 % (значения вычисляются программно).

При несоблюдении указанных требований находят причины несоответствий и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта, при смене партии хотя бы одного из компонентов электролита, изменении одного из параметров проведения измерений (см. таблицу 2), а также получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.6.3) градуировку прибора проводят заново.

Примечания

1 Если при проведении анализа на электрофореграмме наблюдается резкий дрейф базовой линии, необходимо прервать анализ и промыть капилляр фоновым электролитом не менее 5 мин под напряжением и заново провести анализ.

2 Не рекомендуется оставлять капилляр, заполненный фоновым электролитом, без движения жидкости в нем более чем на 10 мин. В случае перерыва в работе рекомендуется промыть капилляр в течение двух минут дис-

тиллированной водой и оставить входной и выходной концы капилляра в воде. Перед анализом промыть капилляр 3 мин фоновым электролитом.

3 Необходимо через четыре — пять вводов пробирки на входе и выходе заново заполнять другими порциями фонового электролита.

8.6.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится в начале рабочего дня перед измерениями.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольный раствор (см. 8.5.5), который анализируют не менее двух раз в условиях, приведенных в таблице 2.

На полученных электрофореграммах проводят автоматическую идентификацию компонентов, установив ширину окна идентификации 5 %. При необходимости вносят программную коррекцию номера пика или времени миграции.

При помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию катионов в контрольном растворе для каждого ввода, используя действующую на данный момент градуировочную характеристику, установленную по 8.6.2, и оценивают приемлемость полученных значений согласно условию:

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}11 \cdot \overline{C}, \quad (1)$$

где C_1 и C_2 — значение массовой концентрации катиона для первого и второго вводов, мг/дм^3,

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации катиона для двух последовательных вводов (C_1 и C_2), мг/дм^3.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если выполняется неравенство:

$$|\overline{C} - C_к| \le 0{,}13 \cdot C_к, \quad (2)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации катиона для двух последовательных вводов (C_1, C_2), мг/дм^3;

$C_к$ — массовая концентрация соответствующего катиона в контрольном растворе, мг/дм^3.

При невыполнении условий по формулам (1) и/или (2) промывают капилляр по 8.3.3, заново анализируют контрольный раствор еще два раза. При повторных отклонениях, превышающих указанные нормативы, заново градуируют прибор.

9 Проведение испытаний

9.1 Приготовление анализируемого раствора

Для каждой пробы проводят два параллельных испытания в условиях повторяемости.

Анализируемую пробу массой (100,0 ± 0,2) мг помещают в виалу для кислотной обработки проб, добавляют 10 см^3 соляной кислоты (см. 8.4.8). Виалу герметично закрывают завинчивающейся крышкой и перемешивают содержимое.

Устанавливают виалу в сушильный шкаф и выдерживают ее в течение 14—16 ч при температуре 110 °С.

Виалу вынимают из шкафа и охлаждают до комнатной температуры. Содержимое виалы фильтруют через фильтр «синяя лента», отбросив первые порции и собирая основной фильтрат в посуду с крышкой во избежание испарения. В стеклянный бюкс отбирают 0,50 см^3 фильтрата, раствор выпаривают досуха в струе теплого воздуха.

Срок хранения сухого остатка в закрытом бюксе при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 сут.

Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 дистиллированной воды и используют для анализа в течение рабочего дня.

В зависимости от объекта анализа полученный раствор разбавляют дистиллированной водой согласно рекомендациям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 — Рекомендуемые коэффициенты разбавления

Объект анализа	Определяемые компоненты	Коэффициент разбавления (Q_1)
Корма, комбикорма	Аммоний, калий, натрий, магний, кальций	10

Окончание таблицы 3

Объект анализа	Определяемые компоненты	Коэффициент разбавления (Q_1)
Сырье растительного происхождения	Аммоний, калий, натрий, магний, кальций	1
Сырье животного происхождения	Аммоний, калий, натрий, магний	1
	Кальций	10
Сырье минерального происхождения	Микрокомпоненты	1
	Макрокомпоненты	100

Допускается альтернативный вариант приготовления анализируемого раствора согласно нормативной документации на соответствующий вид продукции: фосфаты кормовые — по ГОСТ 24596.4 (подраздел 2.3); мел — по ГОСТ 21138.5 (подраздел 3.1); мука известковая — по ГОСТ 14050 (подпункт 4.3.1.2), растительные корма, комбикорма и другое комбикормовое сырье — по ГОСТ 26570 (пункт 6.7.2, подпункты 6.7.3.1—6.7.3.2).

В пробирку типа Эппендорф переносят 0,5—1,0 см^3 анализируемого раствора, центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 5000 об/мин.

9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм

Для каждого из двух параллельно анализируемых растворов регистрируют по одной электрофореграмме в условиях, указанных в таблице 2.

Пример электрофореграммы подготовленной пробы приведен в Приложении А.

На полученных электрофореграммах проверяют правильность автоматической разметки пиков и при необходимости корректируют ее. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию катионов по совпадению времен их миграции в анализируемом и контрольном растворах при ширине окна идентификации не более 5 %.

Если анализируемые катионы обнаружены, то определяют их массовую концентрацию с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.6.2.

Если измеренные значения массовой концентрации одного или нескольких катионов превышают верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то анализируемый раствор разбавляют дистиллированной водой так, чтобы значение массовой концентрации катиона в полученном растворе находилось в середине диапазона измеряемых значений. При невозможности обеспечить это условие для всех катионов при одном разбавлении следует сделать несколько разбавлений, оптимальных для отдельных катионов и/или их сочетаний.

Коэффициент дополнительного разбавления Q_2, вычисляют по формуле

$$Q_2 = \frac{V_к}{V_а}, \quad (3)$$

где $V_к$ — объем разбавленного раствора, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты раствора, подготовленного по 9.1, см^3.

Примечание — На стадии освоения методики для идентификации компонентов рекомендуется использовать метод добавок. Анализируемый катион вводят в подготовленную пробу таким образом, чтобы массовая концентрация добавки составила от 50 % до 150 % от предварительно измеренной. Увеличение высоты соответствующего пика подтверждает правильность идентификации. Аналогичную процедуру рекомендуется проводить при анализе проб, идентификация пиков которых вызывает сомнения.

10 Обработка результатов испытаний

Массовую долю каждого катиона в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_{HCl} \cdot V_{кон} \cdot C_{изм} \cdot Q_1 \cdot Q_2 \cdot 100}{m \cdot V_{ал} \cdot 1000}, \quad (4)$$

где V_{HCl} — объем соляной кислоты, использованный для обработки пробы, см^3 (10 см^3);

$V_{кон}$ — объем конечного (анализируемого) раствора, см^3 (0,5 см^3);

$C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации катиона в подготовленной пробе, мг/дм^3;

Q_1 — коэффициент разбавления (см. 9.1);

Q_2 — коэффициент дополнительного разбавления (см. 9.2);

100 — коэффициент перевода результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы, мг;

$V_{ал}$ — объем аликвотной порции фильтрата, взятого для выпаривания, см^3 (0,5 см^3);

1000 — коэффициент согласования размерности единиц измерения объема.

За результат определения массовой доли катиона в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, для которых выполняется условие повторяемости (см. 11).

Результат определения массовой доли катиона в пробе может быть представлен в виде $\overline{X} \pm U$, %, при этом U — показатель точности измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), вычисляют по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot U_{отн}, \quad (5)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение массовой доли катиона для двух параллельных испытаний (X_1, X_2), %;

$U_{отн}$ — относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2, значение $U_{отн}$ для каждого компонента приведено в таблице 4, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности «U», рассчитанное по формуле (5), выраженное в процентах и содержащее не более двух значащих цифр.

Таблица 4 — Значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли аммония, калия, натрия, магния, кальция	Предел повторяемости, r	Критическая разность, $CD_{0,95}$	Относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2*, $U_{отн}$
От 0,01 до 0,05 включ.	25	39	28
Св. 0,05 до 40,00 включ.	14	28	20
* Численно равна (без учета знака) значению доверительных границ относительной погрешности измерений δ, %, для доверительной вероятности P = 0,95.			

11 Контроль точности результатов испытаний

Расхождение между результатами двух параллельных испытаний X_1, %, и X_2, %, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1, должно соответствовать условию:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных испытаний, %;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 4), %.

Если это условие не соблюдается, то используют методы проверки приемлемости результатов параллельных испытаний и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, $X_{1лаб}$, %, и $X_{2лаб}$, %, на идентичных пробах разными операторами с использованием различных экземпляров оборудования должно соответствовать условию:

$$|X_{1лаб} - X_{2лаб}| \le 0{,}01 \cdot \overline{X}_{лаб} \cdot CD_{0,95}, \quad (7)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

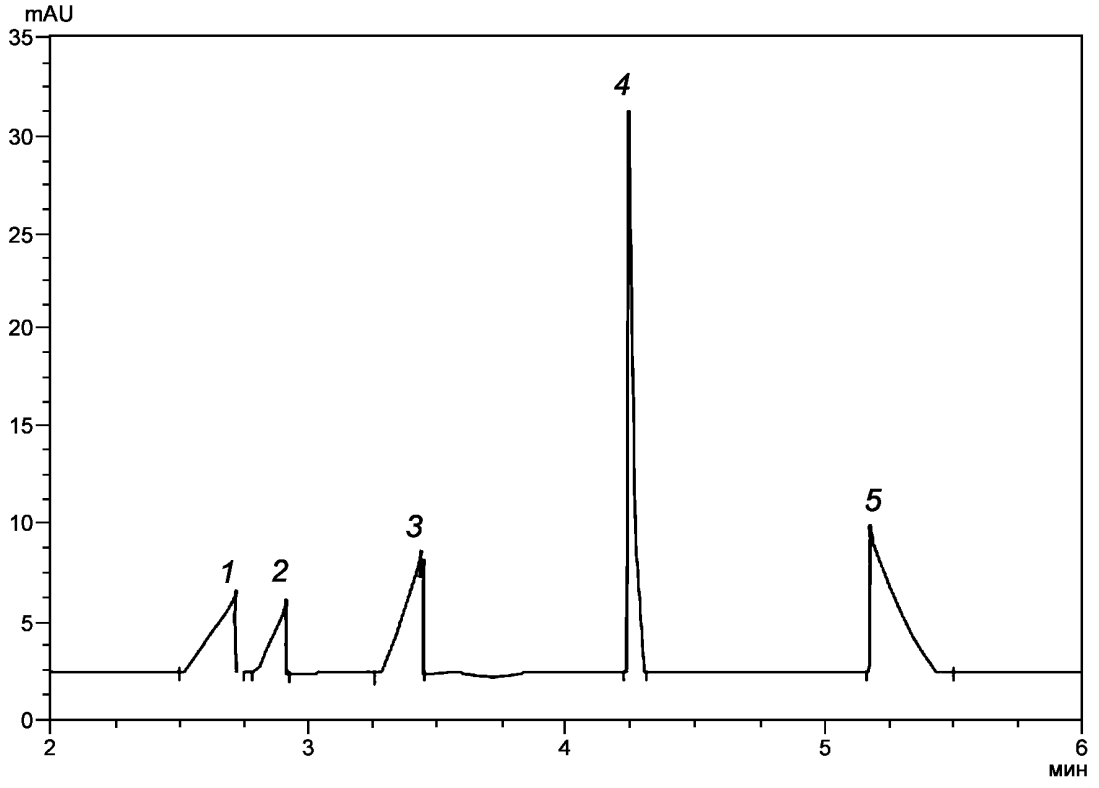
$\overline{X}_{лаб}$ — среднеарифметическое значение результатов испытаний в двух лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ — критическая разность (см. таблицу 4), %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Приложение А
(справочное)

Примеры электрофореграмм



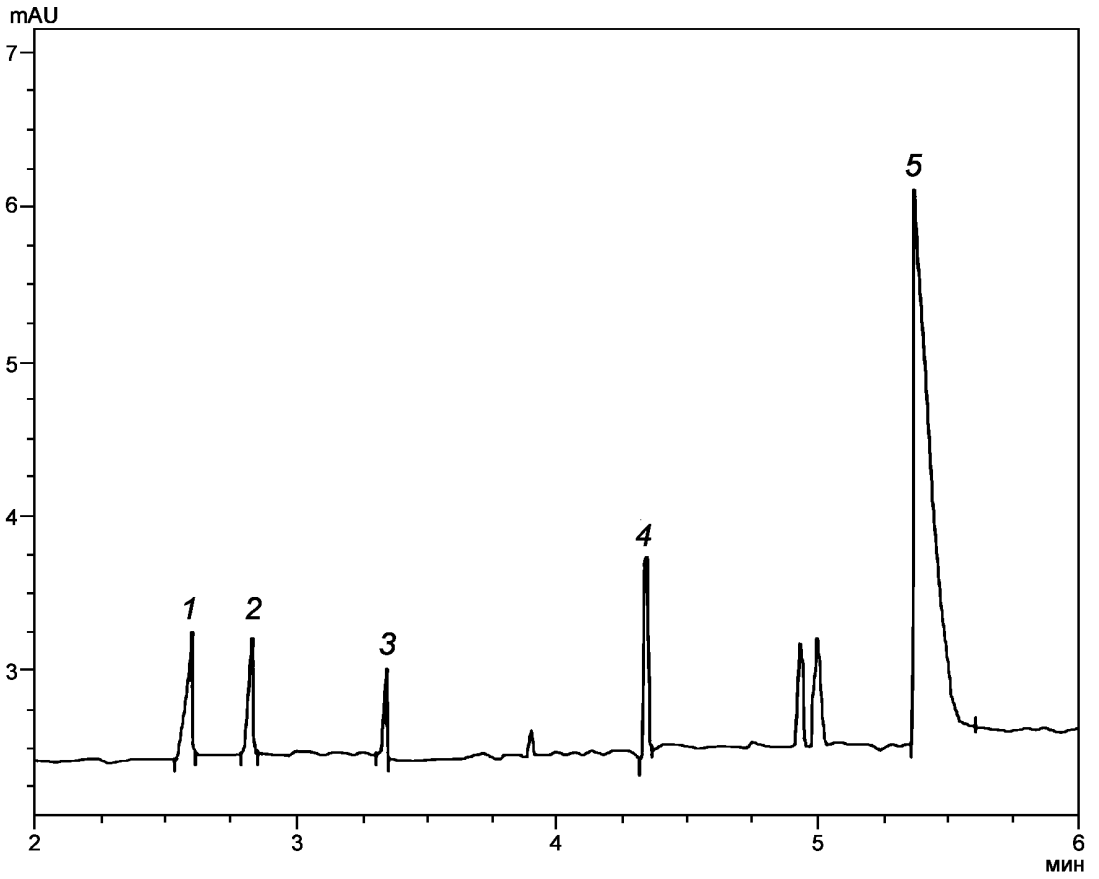
1 — аммоний; 2 — калий; 3 — натрий; 4 — магний; 5 — кальций

Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора катионов

Электрофореграмма градуировочного раствора получена в условиях, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Условия проведения анализа

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	267
Температура, °С	20
Ввод пробы гидродинамический, мбар · с	150
Напряжение, кВ	25



1 — аммоний 0,41 %; *2* — калий 0,55 %; *3* — натрий 0,55 %; *4* — магний 0,16 %; *5* — кальций 2,8 %

Рисунок А.2 — Электрофореграмма подготовленной пробы комбикорма

Электрофореграмма подготовленной пробы комбикорма получена в условиях, приведенных в таблице А.1.

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120 С19

Ключевые слова: корм, комбикорм, сырье, катионы аммония, калия, натрия, магния, кальция, кислотная обработка проб, капиллярный электрофорез, электрофореграмма

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.М. Малахова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 20.04.2015. Подписано в печать 19.05.2015. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32.
Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 39 экз. Зак. 1954.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru