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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32904— 2014 (ISO 6490-1: 1985)

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение содержания кальция титриметрическим методом

**(ISO 6490-1:1985,
Animal feeding stuffs. Determination of calcium content.
Part 1: Titrimetric method, MOD)**

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 международной 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 перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным комитетом по стандартизации МТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова–Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 октября 2014 г. № 1313-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32904—2014 (ISO 6490-1:1985) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 6490-1:1985 «Корма для животных. Определение содержания кальция. Часть 1: Титриметрический метод» («Animal feeding stuffs — Determination of calcium content — Part 1: Titrimetric method», MOD).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO/TC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001, отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечания и приложения выделены полужирным курсивом.

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

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в соответствии с требованиями межгосударственной системы стандартизации и общепринятой отраслевой терминологией.

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты, используемые в примененном международном стандарте, заменены на межгосударственные стандарты, гармонизированные с международными.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию, стандартизации и метрологии.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2016 г.

*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
Оопределение содержания кальция титриметрическим методом

Feeds, compound feeds.
Methods for Determination of calcium content titrimetric method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется на корма и комбикорма* и устанавливает титриметрический *метод* определения содержания кальция.

Метод применим к кормам и комбикормам с содержанием кальция более 1 г/кг.

2 *Нормативные* ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 3652–69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5712–78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13496.0–80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб[*]

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31218–2003 (ИСО 6498–98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб[**]

ГОСТ 32343–2013 Корма, комбикорма. Определение содержания кальция, меди, железа, магния, марганца, калия, натрия и цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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

Сущность метода заключается в озолении *органических веществ* анализируемой пробы, обработке *полученной* золы *раствором* соляной кислоты, осаждении кальция в форме оксалата

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

[**] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51419—99 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб».

кальция с последующим растворением *осадка раствором* серной кислоты с образованием щавелевой кислоты, *которую* титруют перманганатом калия.

4 Реактивы

4.1 Кислота соляная *по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей* 30 % (ρ_{20}=1,15 г/*см*^{3}).
4.2 Кислота азотная *по ГОСТ 4461*, концентрированная (ρ_{20}=1,40 г/*см*^{3}).
4.3 Кислота серная *по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей* 20 % (ρ_{20}=1,13 г/*см*^{3}).
4.4.Аммиак, раствор *с массовой долей* примерно 33 % (ρ_{20}=0,89 г/*см*^{3}).
4.5 Аммоний щавелевокислый *по ГОСТ 5712*, холодный насыщенный раствор.
4.6 Кислота лимонная моногидрат *по ГОСТ 3652*, раствор *массовой концентрации* 300 г/*дм*^{3}.
4.7 Аммоний хлористый *по ГОСТ 3773*, раствор *массовой концентрации* 50 г/*дм*^{3}.
4.8 Бромкрезоловый зеленый, раствор *массовой концентрации* 0,4 г/*дм*^{3}.
4.9 Калия перманганат, раствор *молярной концентрации* *с*(1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/*дм*^{3}.
4.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Примечание - Допускается применение реактивов с характеристиками не хуже указанных.

5 Лабораторное оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование:
5.1 Печь муфельная электрическая с циркуляцией воздуха, способная поддерживать температуру на уровне (550 ± 20) °С.
5.2 Кювета для сжигания, изготовленная из платины, кремния или керамики.
5.3 Фильтр стеклянный, степень пористости Р 16 (размер пор от 10 до 16 мкм).
5.4 Баня водяная.

5.5 Стаканы *В(Н) – 1(2) – 250 ТХС по ГОСТ 25336.*
5.6 Колбы мерные *1(2) – 250 - 2 по ГОСТ 1770.*
5.7 Весы *неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.*
5.8 Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1-1(1, 5, 10, 25) по ГОСТ 29227.
5.9 Колбы с широким горлом вместимостью 250 см^3.
Примечание - Допускается применение средств измерений с аналогичными или более высокими метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с более высокими техническими характеристиками.

6 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 13496.0.

7 Проведение испытаний

7.1 Подготовка проб
Пробу для испытания готовят в соответствии с *ГОСТ 31218*.
7.2 *Подготовка анализируемой пробы*
Около 5 г *анализируемой* пробы взвешивают *на весах* (см. 5.7) с точностью до 0,001 г в кювету для сжигания (см. 5.2).
Примечание – При необходимости *допускается увеличение массы анализируемой пробы.*

7.3 Определение кальция
7.3.1 Пробу сжигают в электрической муфельной печи (см. 5.1), поддерживая температуру на уровне (550 ± 20) °С до тех пор, пока не сгорят все органические вещества (обычно достаточно 4 часов). Если в золе остались органические вещества (черные частицы), добавляют несколько капель азотной кислоты (см. 4.2), высушивают на плите и сжигают снова в муфельной печи при температуре (550 ± 20) °С в течение 30 мин. Процедуру повторяют до полного разрушения органических веществ.
7.3.2 *Полученную* золу *количественно переносят* в стакан (см. 5.5), *смывая ее порциями раствора* соляной кислоты (см. 4.1) *общим объемом* 40 *см*^{3}, добавляют 60 см^3 *дистиллированной*

воды (см. *4.10*) и несколько капель азотной кислоты (см. 4.2). *Раствор* доводят до кипения и кипятят в течение 30 мин.

Раствор охлаждают и количественно *переносят* в мерную колбу *вместимостью* 250 *см*^{3} (см. 5.6) *дистиллированной* водой (см. *4.10*). Объем *раствора* в колбе доводят *дистиллированной водой* до метки, перемешивают и фильтруют.

7.3.3 Аликвотную часть анализируемого раствора (см. 7.3.2), содержащую от 0,01 до 0,04 г кальция, в соответствии с ожидаемым содержанием кальция, с помощью пипетки (см. *5.8*) переносят в стакан *вместимостью* 250 *см*^{3} (*см.* 5.5). Добавляют 1 *см*^{3} раствора лимонной кислоты (*см.* 4.6), 5 *см*^{3} раствора хлористого аммония (см. 4.7) и примерно 100 *см*^{3} *дистиллированной* воды (*см. 4.10*). *Раствор* доводят до кипения, добавляют 10 капель раствора бромкрезолового зеленого (см. 4.8) и 30 *см*^{3} теплого раствора щавелевокислого аммония (*см.* 4.5). Если образуется осадок, его растворяют, добавляя несколько капель раствора соляной кислоты (см. 4.1).

Полученный раствор очень медленно, *добавляя по каплям,* нейтрализуют раствором аммиака (*см.* 4.4), непрерывно перемешивая, до 4,4 - 4,6 *ед. pH* (т.е. когда индикатор изменит цвет). Стакан помещают на кипящую водяную баню (*см.* 5.4) на 30 мин, чтобы сформированный осадок отделился. Стакан снимают с водяной бани и оставляют на 1 час. Осадок фильтруют (*см.* 5.3).

Стакан и фильтр промывают водой до полного удаления избытка щавелевокислого аммония. Отсутствие щавелевокислого аммония в промывной воде проверяется реакцией с хлоридами.

Фильтр с осадком помещают в стакан вместимостью 250 см^3 (*см.* 5.5) или колбу (*см. 5.9*) с широким горлом, добавляют 80 *см*^{3} *раствора* серной кислоты (*см.* 4.3) и подогревают до температуры 70 °С или 80 °С до растворения осадка.

7.3.4 Горячий раствор титруют раствором перманганата калия (*см.* 4.9) до розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

7.4 Количество определений

Выполняют два *параллельных* определения содержания кальция в одной и той же *лабораторной* пробе.

8 *Обработка* результатов

8.1 *Вычисление содержания кальция*

Содержание кальция *W*, г/кг, в *анализируемой* пробе вычисляют по формуле

$$W = \frac{20{,}04 \cdot V \cdot c}{m} \cdot \frac{250}{V_1}, \qquad (1)$$

где *20,04 – молярная масса эквивалента кальция, г/моль;*

V – объем раствора перманганата калия, *израсходованного* на титрование, *см*^{3};

c – точная концентрация раствора перманганата калия, моль/*дм*^{3};

250 – объем анализируемого раствора (*см. 7.3.2*), *см*^{3};

m – масса *анализируемой* пробы, г;

V_1 – объем аликвотной части анализируемого раствора (*см.* 7.3.3), *см*^{3}.

За результат испытания *принимают* среднеарифметическое значение результатов двух *параллельных* определений (см. 7.4) при условии выполнения требований повторяемости (см. 8.2).

Результат *записывают* с точностью до 1 г/кг.

8.2 *Повторяемость (сходимость)*

Расхождение между результатами двух *отдельных независимых* определений, полученными одним и тем же методом на одной *лабораторной пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же* оператором *на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени*, не должно превышать:

1 г/кг (абсолютное *расхождение*) для содержания кальция менее 50 г/кг;

2 % (относительное *расхождение*) от полученного значения для содержания кальция 50 г/кг и более.

9 Замечания по *проведению определения кальция*

9.1 Для определения кальция в кормах и комбикормах *с содержанием кальция* менее 1 г/кг используют метод *атомно-абсорбционной спектроскопии по ГОСТ 32343.*

9.2 Пробы, состоящие исключительно из минеральных веществ, растворяют в соляной кислоте без озоления.

Для продуктов, трудно растворимых в кислотах, например, алюмокальциевых фосфатов, *анализируемую* пробу перемешивают в платиновой кювете со смесью, состоящей из равных частей карбоната калия и карбоната натрия массой в пять раз превышающей массу пробы. Аккуратно нагревают, пока смесь полностью не расплавится. После охлаждения *смесь* растворяют в соляной кислоте.

9.3 Если в анализируемой пробе содержание магния превышает содержание кальция, или в сомнительных случаях, осаждение оксалата кальция проводят два раза.

10 Протокол испытания

В протоколе испытания должны быть отражены:

- используемый метод и полученный результат,
- любые условия *проведения испытания*, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как дополнительные, а также любые обстоятельства, которые могут повлиять на результаты,
- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта			*Структура межгосударственного стандарта*		
подраздел	*пункт*	*подпункт*	*подраздел*	*пункт*	*подпункт*
Раздел 4			*Раздел 4*		
4.1	-	-	*4.1*	-	-
4.2	-	-	*4.2*	-	-
4.3	-	-	*4.3*	-	-
4.4	-	-	*4.4*	-	-
4.5	-	-	*4.5*	-	-
4.6	-	-	*4.6*	-	-
4.7	-	-	*4.7*	-	-
4.8	-	-	*4.8*	-	-
4.9	-	-	*4.9*	-	-
-	-	-	*4.10*	-	-
Раздел 5			*Раздел 5*		
5.1	-	-	*5.1*	-	-
5.2	-	-	*5.2*	-	-
5.3	-	-	*5.3*	-	-
5.4	-	-	*5.4*	-	-
5.5	-	-	*5.5*	-	-
5.6	-	-	*5.6*	-	-
5.7	-	-	*5.7*	-	-
-	-	-	*5.8*	-	-
-	-	-	*5.9*	-	-
Раздел 6			*Раздел 6*		
Раздел 7			*Раздел 7*		
Раздел 8			*Раздел 8*		
Раздел 9			*Раздел 9*		
Раздел 10			*Раздел 10*		
Приложение		-	*Приложение*		*ДА*

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено начиная с раздела 4, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 В раздел 4 настоящего стандарта введены подразделы с неуказанными в международном стандарте реактивами

3 Раздел 5 настоящего с тандарта, дополнен подразделами с у казанием используемого оборудования 4 В соответствии с ГОСТ 1.5—2001 и ГОСТ 1.3—2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА «Сравнение структуры межгосударственного стандарта со структурой международного стандарта».

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 MOD

Ключевые слова: корма, комбикорма, озоление, кальций, оксалат кальция, титрование, перманганат калия

Подписано в печать 12.12.2016. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 6 экз. Зак. 3305.

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