МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32250— 2013 (ISO 7485:2000)

КОРМА, КОМБИКОРМА

Метод определения содержания калия и натрия с применением пламенно-эмиссионной спектрометрии

(ISO 7485:2000, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 32250—2013 (ISO 7485:2000) Корма, комбикорма. Метод определения содержания калия и натрия с применением пламенно-эмиссионной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.5.2, первый абзац	мг/см^3	мкг/см^3

(ИУС № 4 2017 г.)

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 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 7485:2000 Animal feeding stuffs – Determination of potassium and sodium contents – Methods using flame-emission spectrometry (Корма для животных. Определение содержания калия и натрия. Метод с применением пламенно-эмиссионной спектрометрии).

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

Перевод с английского языка (en).

Уточненные отдельные слова, фразы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечания, содержание и приложение выделены полужирным курсивом.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема: «литр» на «кубический дециметр», «миллилитр» на «кубический сантиметр», 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.

Структура межгосударственного стандарта в основном соответствует структуре международного стандарта, раздел 4 дополнен подразделами 4.7 и 4.8, раздел 5 – подразделами 5.9–5.11 с учетом требований к перечню реактивов и оборудования, необходимого для проведения испытания. Изменен структурный элемент «Библиография», так как приведенные в нем международные стандарты заменены на идентичные межгосударственные стандарты и включены в раздел «Нормативные ссылки».

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.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1914–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32250—2013 (ISO 7485:2000) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

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

© Стандартинформ, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА

Метод определения содержания калия и натрия с применением пламенно-эмиссионной спектрометрии

Feeds, mixed feeds.
Method for determination of potassium and sodium using flame-emission spectrometry

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется* на корма *и комбикорма и устанавливает метод* определения содержания калия и натрия с использованием пламенно-эмиссионной спектрометрии (*метод калибровки* и *метод добавок)*.

Метод калибровки применяется при отсутствии влияния матричных эффектов.

Примечание — Матричный эффект - отсутствие влияния химических элементов в процессе спектрального анализа на результат определения содержания других химических элементов.

Метод добавок применяется, если неизвестно, оказывалось ли влияние матричных эффектов на измерение содержания калия или натрия.

Нижний предел определения калия и натрия составляет 0,04 г/кг.

Примечание — Нижний предел количественного обнаружения может быть изменен, но это должно быть подтверждено исполнителем.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4568–95 Калий хлористый. Технические условия

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

ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0–80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 31218–2003 (ISO 6498:1998) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых 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

Сущность метода заключается в разрушении органического вещества путем озоления *анализируемой* пробы, растворении золы соляной кислотой и последующем определении содержания калия и натрия с использованием пламенно-эмиссионной спектрометрии при длине волны 766 и 589 нм соответственно посредством построения калибровочного графика (метод калибровки) или дополнительного графика (метод добавок).

4 Реактивы

4.1 Вода, бидистиллированная или биионизированная.

4.2 Хлорид калия *по ГОСТ 4568*, высушенный в течение 2 ч при температуре (110 ± 2) °С.

4.3 Хлорид натрия *по ГОСТ 4233*, высушенный в течение 2 ч при температуре (110 ± 2) °С.

4.4 Кислота соляная концентрированная *по ГОСТ 3118,* молярной концентрации *с*(HCl) = 12 моль/дм^3, плотностью ρ_{20} = 1,19 г/*см*^{3}.

4.5 Кислота соляная *по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации с*(HCl) = 6 моль/*дм*^{3}.

4.6 Кислота соляная *по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации с*(HCl) = 0,1 моль/*дм*^{3}.

4.7 Хлорид цезия.

4.8 Нитрат алюминия наногидрат [$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$*].*

4.9 Ионизационный буферный раствор

50 г хлорида цезия (см. 4.7) и 250 г нитрата алюминия наногидрата (см. 4.8) растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 в воде (см. 4.1) и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена или полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре – не более 6 мес.

4.10 Стандартные растворы калия

4.10.1 Основной раствор калия массовой концентрации 1 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую приблизительно 250 см^3 раствора соляной кислоты (см. 4.6), помещают 1,906 г хлорида калия (см. 4.2). Растворяют и доводят объем до метки тем же раствором соляной кислоты.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена или полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре – не более 6 мес.

4.10.2 Промежуточный раствор калия массовой концентрации 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 5.8) помещают 10 см^3 основного раствора калия (см. 4.10.1), доводят объем до метки раствором соляной кислоты (см. 4.6).

Раствор хранят в емкости из полиэтилена или полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой (см. 5.11) при комнатной температуре – не более 6 мес.

4.10.3. Калибровочный раствор калия массовой концентрации 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 промежуточного раствора калия (см. 4.10.2), добавляют 10 см^3 ионизационного буферного раствора (см. 4.9), доводят объем до метки раствором соляной кислоты (см. 4.6).

Раствор готовят в день проведения анализа.

4.11 Стандартные растворы натрия

4.11.1 Основной раствор натрия массовой концентрации 1 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 (см. 5.8), содержащую приблизительно 250 см^3 раствора соляной кислоты (см. 4.6), помещают 2,542 г хлорида натрия (см. 4.3). Растворяют, доводят объем до метки тем же раствором соляной кислоты и перемешивают.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена или полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой (см. 5.11) при комнатной температуре – не более 6 мес.

4.11.2 Промежуточный раствор натрия *массовой концентрации* 100 мкг/*см*^{3}

В *мерную* колбу вместимостью 100 *см*^{3} *(см. 5.8)* помещают 10 *см*^{3} основного раствора натрия (*см. 4.11.1*), доводят *объем* до метки *раствором* соляной кислоты (см. 4.6) и перемешивают.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена или полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой (см. 5.11) при комнатной температуре – не более 6 мес.

4.11.3 Калибровочный раствор натрия *массовой концентрации* 10 мкг/*см*^{3}

В *мерную* колбу вместимостью 100 *см*^{3} *(см. 5.8)* помещают 10 *см*^{3} промежуточного раствора натрия (*см. 4.11.2*), добавляют 10 *см*^{3} *ионизационного* буферного раствора (*см. 4.9*), доводят *объем* до метки *раствором* соляной кислоты (см. 4.6).

Раствор готовят в день *проведения анализа*.

4.12 Стандартные образцы биологического материала

Например: V8-ржаная-мука или V10-сено (измельченное) от Международного агентства по атомной энергии (МАГАТЭ), Австрия; SRM 157-пшеничная мука, SRM 1568а-рисовая мука или SRM С 1548-полностью обезжиренная из Национального Института Стандартов и Технологии (НИСТ), США*.

Примечание —

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, если нет других указаний.

Допускается использование других реактивов, в том числе импортных по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

5 Лабораторное оборудование, посуда и материалы

5.1 Весы *лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью ± 0,0001 г.*

5.2 Печь муфельная, поддерживающая температуру (550 ± 20) °С.

5.3 *Тигли для прокаливания* из платины или кварца *по ГОСТ 19908*.

5.4 Фотометр пламенный, использующий различные типы пламени: бутан-воздух, пропан-воздух, ацетилен-воздух, обеспечивающий полное сгорание; или атомно-абсорбционный спектрометр, работающий эмиссионным способом и оборудованный для определения калия и натрия в пламени ацетилен-воздух.

5.5 Песчаная баня или нагревательная пластина с нагревом до 150 °С.

5.6 Пипетки *градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 1000-5000 мм*^{3} *по ГОСТ 28311.*

5.7 Стаканы В(Н) – 1(2) - 250 ТХС по ГОСТ 25336.

5.8 Колбы мерные 1(2) - 100(1000) - 2 по ГОСТ 1770.

5.9 Цилиндры 1(2, 3, 4)-50(100) по ГОСТ 1770.

5.10 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

5.11 Емкости из полиэтилена или полипропилена вместимостью 100, 1000 см^3 *с плотно завинчивающимися крышками.*

Примечание — Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 13496.0.

Поступающая в лабораторию проба должна быть действительно представительной, не поврежденной и не претерпевшей изменений во время транспортирования и хранения. Проба должна храниться в условиях, предотвращающих ее порчу или изменение состава.

*Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

7 Подготовка проб для испытания

Подготовка проб для испытания - по *ГОСТ 31218*.

8 Проведение испытания

8.1 *Подготовка анализируемой пробы*

8.1.1 Пробы, содержащие органические вещества

В тигле (см. 5.3) *взвешивают на весах (см. 5.1) с погрешностью ± 0,001 г*, в зависимости от ожидаемого содержания калия и натрия, от 1 до 5 г подготовленной по разделу 7 анализируемой пробы. Далее выполняют действия в соответствии с 8.2.1.

8.1.2 Пробы, не содержащие органические вещества

В стакане *вместимостью 250 см^3 (см. 5.7) взвешивают на весах* (см. 5.1) *с погрешностью ± 0,001 г*, в зависимости от ожидаемого содержания калия и натрия, от 1 до 5 г подготовленной по разделу 7 анализируемой пробы. Далее выполняют действия в соответствии с 8.2.2.

8.2 Подготовка *анализируемого* раствора

8.2.1 Озоление *(для проб, содержащих органические вещества)*

Тигель с *анализируемой* пробой (см. 8.1.1) помещают в холодную муфельную печь (см. 5.2). Закрывают печь и постепенно повышают температуру до 550 °С. Сжигают до получения золы в течение 3 ч при 550 °С.

Если наблюдается присутствие большого количество углеродистых частиц, оставляют остывать, затем увлажняют содержимое *тигля* 2 *см^3* воды (см. 4.1) и высушивают на песчаной бане или *нагревательной пластине* (см. 5.5). Золу после обугливания сжигают в муфельной печи в течение еще 2 ч при 550 °С.

Затем тигель вынимают из печи и дают остыть. Смачивают золу несколькими каплями воды (см. 4.1) и *количественно* переносят в стакан вместимостью 250 *см^3 (см. 5.7)*.

Ополаскивают *тигель примерно* 5 *см^3 концентрированной* соляной кислоты (см. 4.4) *и затем небольшим объемом* воды (см. 4.1), собирая *все смывы* в тот же стакан.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Добавлять кислоту следует осторожно, поскольку возможна *бурная реакция* с некоторыми пробами.

Прикрывают стакан часовым стеклом, чтобы уменьшить разбрызгивание, и медленно испаряют досуха содержимое стакана на песчаной бане или *нагревательной пластине*. Оставляют остывать при комнатной температуре. Продолжают действия в соответствии с 8.2.3.

8.2.2 Растворение калия и натрия *(для проб, не содержащих органические вещества)*

В стакан *вместимостью 250 см^3 (см. 5.7)*, содержащий *анализируемую* пробу (см. 8.1.2), медленно и осторожно *переносят* небольшое количество (*от* 15 *до* 30 *см^3*) концентрированной соляной кислоты (см. 4.4). Прикрывают стакан часовым стеклом для уменьшения разбрызгивания, и медленно высушивают содержимое стакана досуха на песчаной *бане* или *нагревательной пластине*. Оставляют остывать при комнатной температуре. *Продолжают действия в соответствии с 8.2.3.*

8.2.3 Повторное растворение калия и натрия

Остаток *после высушивания* (см. 8.2.1 или 8.2.2) растворяют 5 *см^3 раствора* соляной кислоты (см. 4.5) и 45 *см^3* воды (см. 4.1), доводят до кипения и оставляют остывать при комнатной температуре. Переносят количественно в *мерную колбу вместимостью* 100 *см^3 (см 5.8)*. Доводят объем до метки водой и перемешивают. Дают осадку отстояться в течение 4 ч. Если раствор мутный, его фильтруют *через фильтровальную бумагу (см. 5.10).*

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Вышеупомянутые операции выполняют в вытяжном шкафу.

8.3 Подготовка раствора холостой пробы

Раствор холостой пробы готовят одновременно с анализируемыми растворами (см. 8.2), используя те же реактивы и в тех же количествах, но без анализируемой пробы.

8.4 Выбор метода

Если известно, что при измерении интенсивности эмиссии для калия и натрия отсутствует матричный эффект, то следует действовать в соответствии с 8.5.

Если не известно, возникает ли матричный эффект, то продолжают выполнять действия в соответствии с 8.6.

8.5 Метод калибровки

8.5.1 Приготовление анализируемого раствора

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (см. 5.8) переносят аликвотную часть анализируемого раствора (см. 8.2.3), содержащего не более 1 мг калия или натрия. Добавляют 10 $см^3$ ионизационного буферного раствора (см. 4.9), доводят объем до метки водой (см. 4.1) и перемешивают.

Разведение раствора холостой пробы (см. 8.3) проводят таким же образом, как описано в 8.5.1.

8.5.2 Приготовление рабочих калибровочных растворов

Для приготовления рабочих калибровочных растворов берут шесть колб вместимостью 100 $см^3$ (см. 5.8), в пять из которых переносят пипеткой (см. 5.6) 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ промежуточного раствора натрия (см. 4.11.2) или промежуточного раствора калия (см. 4.10.2), а одну колбу оставляют пустой. Затем во все шесть колб добавляют по 10 $см^3$ ионизационного буферного раствора (см. 4.9). Доводят объемы до метки раствором соляной кислоты (см. 4.6) и перемешивают. Содержание калия или натрия в этих растворах составляет 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $мг/см^3$ соответственно.

Растворы готовят в день проведения анализа.

8.5.3 Спектрометрическое измерение

8.5.3.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к проведению испытаний осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Зажигают пламя и оставляют на несколько минут для его стабилизации. Регулируют положение горелки, добиваясь максимальных значений поглощения для калибровочного раствора калия (см. 4.10.3) или натрия (см. 4.11.3).

8.5.3.2 Измерение анализируемого раствора

Измеряют эмиссию рабочих калибровочных растворов (см. 8.5.2) и затем – эмиссию анализируемого раствора (см. 8.5.1).

Если измеренная эмиссия холостого раствора отличается от нулевого значения эмиссии калибровочного раствора калия (см. 4.10.3) или натрия (см. 4.11.3), то значение эмиссии анализируемого раствора (см. 8.5.1) корректируют измеренным значением эмиссии раствора холостой пробы.

8.5.4 Построение калибровочного графика

Строят калибровочный график, откладывая значения интенсивности эмиссии калибровочных растворов относительно соответствующих содержаний калия или натрия в калибровочных растворах в микрограммах на 1 $см^3$.

8.6 Метод добавок

8.6.1 Приготовление анализируемого раствора

Проводят разведение анализируемого раствора в соответствии с ожидаемым содержанием калия или натрия. Переносят одинаковые аликвотные части анализируемого раствора (см. 8.2.3) в три мерные колбы подходящей вместимости (колбы 1, 2 и 3).

Добавляют в колбы 2 и 3 аликвотные части промежуточного раствора калия (см. 4.10.2) или натрия (см. 4.11.2), соответствующие содержанию 2,5 $мкг/см^3$ в колбе 2 и 5 $мкг/см^3$ в колбе 3.

Добавляют в каждую из трех колб аликвотную часть ионизационного буферного раствора (см. 4.9), которая соответствует 10 $см^3$ на 100 $см^3$ окончательного раствора. Доводят объемы трех колб до метки водой (см. 4.1) и перемешивают.

Содержание калия или натрия в растворе, приготовленном в колбе 1, должно быть не более 5 $мкг/см^3$.

Приготовление раствора холостой пробы (см. 8.3) проводят таким же образом, как для раствора в колбе 1.

8.6.2 Спектрометрическое измерение

8.6.2.1 Подготовка прибора

Подготовка прибора к анализу осуществляют в соответствии с 8.5.3.1.

8.6.2.2 Измерение анализируемого раствора

Прибор устанавливают на ноль по раствору холостой пробы (см. 8.6.1). Измеряют максимальное значение эмиссии калибровочного раствора калия (см. 4.10.3) и натрия (см. 4.11.3). Атомизируют растворы из колб 1, 2 и 3 (см. 8.6.1) и измеряют эмиссию (E_1, E_2 и E_3 соответственно).

8.6.3 Построение графика

По результатам измерений эмиссий растворов в колбах 2 и 3 строят график, откладывая по оси абсцисс разность введенных концентраций калия и натрия в микрограммах на 1 $см^3$, а по оси ординат – разность значений эмиссий.

Раствору в колбе 2 соответствует точка с координатами (0; E_2-E_1), раствору в колбе 3 – точка с координатами (C_3-C_2; E_3-E_1). График представляет собой прямую линию, пересекающую ось ординат в точке E_2.

Искомой концентрацией калия или натрия в анализируемом растворе в колбе 1 (C_1) является модуль значения концентрации в точке пересечения продолжения графика с осью абсцисс.

9 Обработка результатов

Содержание калия или натрия, *w*, г/кг, в *анализируемой* пробе вычисляют по формуле

$$w = \frac{C \cdot f \cdot 10^{-3}}{m}, \quad (1)$$

где *C* – содержание калия или натрия в 1 см^3 *анализируемого* раствора, определенное по калибровочному графику (см. 8.5.4) или графику (см. 8.6.3), *мкг;*

f – коэффициент, обратный разбавлению;

10^{-3} – коэффициент пересчета микрограмм в миллиграммы;

m – масса *анализируемой* пробы (*см.* 8.1), г.

Полученные результаты округляют в соответствии с таблицей 1.

Т а б л и ц а 1 – Округление *вычисленного* содержания *элемента*

В граммах на 1 кг

Вычисленное содержание *элемента*		Округление
от	до	
0,04	1,00	0,01
свыше 1,0	10,0	0,1
« 10	–	1

10 Контроль испытаний

Для проверки реактивов и *оборудования* анализируют *стандартные образцы* биологического материала (*см. 4.12*) с известным содержанием калия и натрия.

11 Прецизионность

Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2.

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний в отношении прецизионности метода *определения содержания калия и натрия в кормах, комбикормах приведены* в приложении А. Значения, полученные в этих испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам концентраций и *пробам*, отличающимся от описанных в данном стандарте.

11.2 Повторяемость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных независимых испытаний, 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 оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости, *r*, *г/кг*, приведенный в таблице 2, более чем в 5 % случаев.

Т а б л и ц а – 2 Пределы повторяемости и воспроизводимости

В граммах на 1 кг

Наименование элемента	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
Калий	0,168 + 0,073 $\overline{w}$	0,555 + 0,161 $\overline{w}$
Натрий	0,0054 + 0,105 $\overline{w}$	0,03 + 0,164 $\overline{w}$
П р и м е ч а н и е — $\overline{w}$ - среднеарифметическое значение двух результатов испытания.		

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное *расхождение* между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом, на одной лабораторной пробе в разных лабораториях разными операторами

на различном оборудовании, не должно превышать предел воспроизводимости, *R*, *г/кг,* приведенный в таблице 2, более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний *необходимо указать следующую информацию*:

– всю информацию, необходимую для полной идентификации *пробы*;

– используемый метод отбора проб, если известен;

– используемый метод *определения* со ссылкой на настоящий стандарт;

– все детали испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как *несущественные*, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;

– полученный результат испытания, или *среднеарифметическое значение результатов* двух испытаний, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с [1][1]. В испытаниях приняли участие 13 лабораторий из 5 стран, каждая из которых выполняла определение в двух повторностях на пяти различных пробах (кукуруза, соевый шрот, люцерна кормовая, финишный комбикорм и комбикорм-концентрат). Статистические результаты приведены в таблицах А.1 и А.2.

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты определения содержания калия

Наименование параметра	*Значение параметра для* проб*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	13	13	13	13	13
Количество выбросов (лабораторий)	–	–	–	–	–
Количество принятых результатов	26	26	26	26	26
Среднее значение содержания калия, г/кг	3,30	23,00	28,30	9,94	12,05
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, г/кг	0,148	0,70	0,78	0,28	0,40
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,5	3,0	2,8	3,0	3,3
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), г/кг	0,414	1,96	2,18	0,69	0,92
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, г/кг	0,40	1,43	2,13	0,69	0,92
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	12,2	6,2	7,5	7,4	7,6
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), г/кг	1,12	4,00	5,96	1,93	2,58
* 1 – Кукуруза; 2 – Соевый шрот; 3 – Люцерна кормовая; 4 – Финишный комбикорм; 5 – Комбикорм-концентрат.					

Т а б л и ц а А.2 – Статистические результаты определения содержания натрия

Наименование параметра	*Значение параметра для* проб*				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	8	8	13	13	13
Количество выбросов (лабораторий)	5	5	–	–	–
Количество принятых результатов	16	16	26	26	26
Среднее значение содержания натрия, г/кг	0,284	0,391	0,853	1,62	0,293
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, г/кг	0,014	0,015	0,036	0,064	0,013
Коэффициент вариации повторяемости, %	4,93	3,84	4,22	3,95	4,44
Предел повторяемости, r ($r = 2,8 \cdot s_r$), г/кг	0,039	0,042	0,100	0,179	0,036
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R, г/кг	0,030	0,032	0,055	0,118	0,027
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	10,6	8,08	6,45	7,3	9,2
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8 \cdot S_R$), г/кг	0,084	0,090	0,154	0,33	0,076
* Наименования проб приведены в таблице А.1.					

[1] Международный стандарт, использованный для проверки прецизионности, в настоящее время отменен

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта		Структура межгосударственного стандарта	
подраздел	пункт	подраздел	пункт
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*	-
-	-	*4.8*	-
4.7	-	*4.9*	-
4.8	*4.8.1*	*4.10*	*4.10.1*
-	*4.8.2*	-	*4.10.2*
-	*4.8.3*	-	*4.10.3*
4.9	*4.9.1*	*4.11*	*4.11.1*
-	*4.9.2*	-	*4.11.2*
-	*4.9.3*	-	*4.11.3*
4.10	-	*4.12*	-
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	-	*5.6*	-
5.8	-	*5.7*	-
5.9	-	*5.8*	-
-	-	*5.9*	-
-	-	*5.10*	-
-	-	*5.11*	-
Раздел 6		*Раздел 6*	
Раздел 7		*Раздел 7*	
Раздел 8		*Раздел 8*	
8.1	*8.1.1*	*8.1*	*8.1.1*
-	*8.1.2*	-	*8.1.2*
8.2	*8.2.1*	*8.2*	*8.2.1*
-	*8.2.2*	-	*8.2.2*
-	*8.2.3*	-	*8.2.3*
8.3	-	*8.3*	-
8.4	-	*8.4*	-
8.5	*8.5.1*	*8.5*	*8.5.1*
-	*8.5.2*	-	*8.5.2*
-	*8.5.3*	-	*8.5.3*
-	*8.5.4*	-	*8.5.4*
8.6	*8.6.1*	*8.6*	*8.6.1*
-	*8.6.2*	-	*8.6.2*
-	*8.6.3*	-	*8.6.3*
Раздел 9		*Раздел 9*	
Раздел 10		*Раздел 10*	

Окончание таблицы ДА.1

Структура международного стандарта		Структура межгосударственного стандарта	
подраздел	пункт	подраздел	пункт
Раздел 11		*Раздел 11*	
11.1	-	*11.1*	-
11.2	-	*11.2*	-
11.3	-	*11.3*	-
Раздел 12		*Раздел 12*	
Приложение	*А*	*Приложение*	*А*
	-		*ДА*
Библиография		*Библиография*	

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 Разделы 4 и 5 настоящего стандарта дополнены подразделами с указанием используемого оборудования и реактивов

3 В соответствии с ГОСТ 1.5-2001 и ГОСТ 1.3-2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА (справочное) «Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта».

Библиография

[1] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Прецизионность методов. Определе-ние повторяемости и воспроизводимости стандарт-ного метода испытания в межлабораторных испытаниях)

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19 MOD

Ключевые слова: корма, комбикорма, метод калибровки, метод добавок, калий, натрий, озоление, эмиссия, пламенно-эмиссионная спектрометрия

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1491

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