ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55449— 2013

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания селена флуориметрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») и 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 июня 2013 г. № 199–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.ru)

©Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ
Определение содержания селена флуориметрическим методом

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials.
Determination of selenium content by fluorimetric method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма, комбикормовое сырье, в том числе премиксы, и устанавливает флуориметрический метод определения содержания селена в диапазоне измеряемых значений массовой доли от 0,1 до 100 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартизации безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартизации безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартизации 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 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 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

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

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

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17681–82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 20469–95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24596.1-81 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные. Типы. Основные параметры и размеры

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

ГОСТ 28178-89 Дрожжи кормовые. Методы испытаний

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартизации 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 ИСО 24333-2011 Зерно и продукты его переработки. Отбор проб

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

ГОСТ Р 51568–99 (ИСО 3310-1–90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 53150–2008 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

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 минерализации анализируемой пробы, переведении селена из органических и неорганических форм в селенит-ион, проведении реакции селенит-иона с реактивом 2,3-диаминонафталином (ДАН) в кислой среде с образованием 4,5-бензопиазоселенола, экстракции его гексаном и измерении интенсивности флуоресценции полученного экстракта.

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 Р 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

4.2 Работу с химическими реактивами проводят в вытяжном шкафу.

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

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

5 Средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

5.1 Средства измерений и стандартные образцы

Флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости флуориметрический, в том числе лазерный, (далее – прибор), позволяющий измерять интенсивность флуоресценции в диапазоне длин волн от 500 до 550 нм, при возбуждении в диапазоне длин волн от 350 до 400 нм.

Весы неавтоматического действия с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ Р 53228.

Колбы мерные 2-25(50, 100, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки с одной отметкой 1(2)-2-5(10, 20) по ГОСТ 29169.

Государственный стандартный образец состава раствора ионов селена массовой концентрации 1 мг/см^3 и допускаемой относительной погрешностью ± 1 %, например ГСО 7340.

Примечания

1 Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

2 Допускается использовать другие средства измерения и стандартные образцы с аналогичными или более высокими метрологическими характеристиками.

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Прибор или система для минерализации под давлением, в том числе с использованием микроволнового излучения.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная с регулятором нагрева.

Мельница лабораторная электрическая, обеспечивающая измельчение пробы до прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм.

Мясорубка или электромясорубка с диаметром отверстий в пластинке 4,0 мм по ГОСТ 4025 или ГОСТ 20469.

Устройство перемешивающее.

Сито с размером ячеек 1,0 мм по ГОСТ Р 51568.

Воронки лабораторные В-25(36, 75)-50(80, 110) по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы Н-1-100(150) ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирки с притертыми пробками по ГОСТ 25336.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», «синяя лента».

Емкости стеклянные вместимостью 100, 150, 1000 см^3 с притертыми пробками.

Емкость полиэтиленовая вместимостью 1000 см^3.

Примечание – Допускается использовать другие вспомогательные устройства и материалы с аналогичными или более высокими техническими характеристиками.

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2,3-Диаминонафталин 98 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N' – тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч. д. а.

Гексан, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Кислота хлорная, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Примечание – Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной или технической документации, в том числе импортных.

6 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ Р ИСО 6497, ГОСТ Р ИСО 24333, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 24596.1, ГОСТ 27668, ГОСТ 28178.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Условия проведения испытани

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды ..... от 10 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха , не более ..... 80 %;
- атмосферное давление ..... (97 ± 10) кПа.

7.2 Подготовка проб

Подготовка проб – по ГОСТ Р 51419 со следующим дополнением. Из подготовленной лабораторной пробы выделяют пробу массой не менее 100 г. Измельчают ее в лабораторной мельнице до прохода через сито с размером ячеек 1,0 мм и отбирают (0,100 ± 0,001) г анализируемой пробы.

Консервированные и влажные корма гомогенизируют, для чего лабораторную пробу пропускают через мясорубку с диаметром отверстий в пластинке 4,0 мм, тщательно перемешивают, выделяют пробу массой не менее 100 г и отбирают (0,100 ± 0,001) г анализируемой пробы.

7.3 Подготовка лабораторной посуды

При проведении испытаний необходимо тщательно соблюдать чистоту лабораторной посуды.

Для ее мытья разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту.

Примечание – Категорически запрещается использовать для мытья посуды соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

Посуду предварительно моют водопроводной водой, затем концентрированной серной (или азотной) кислотой, наливая приблизительно половину объема и тщательно обмывая ею всю внутреннюю поверхность. Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки. Затем выливают кислоту в специальную стеклянную емкость с притертой пробкой. Далее промывают посуду водопроводной водой (не менее 5 раз) и ополаскивают дистиллированной водой (2–3 раза).

Рекомендуется для определения содержания селена иметь отдельный набор посуды.

7.4 Приготовление растворов для испытаний

7.4.1 Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. Запрещается погружать пипетку во весь объем раствора во избежание его загрязнения.

7.4.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500–600 см^3 дистиллированной воды и при помешивании добавляют 8,3 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора не ограничен.

7.4.3 Приготовление раствора трилона Б массовой доли 2 %

В стакан вместимостью 100–150 см^3 помещают 2 г трилона Б и растворяют его 98 см^3 дистиллированной воды. При необходимости раствор фильтруют через фильтр «белая лента».

Срок хранения раствора не ограничен.

7.4.4 Приготовление раствора аммиака в объемном соотношении 1 : 2,5

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400 см^3 водного аммиака массовой долей 25 % и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена не более 3 мес.

7.4.5 Приготовление раствора 2,3-диаминонафталина массовой концентрации 1 мг/см^3

В стакан вместимостью 150 см^3 помещают (0,100 ± 0,001) г 2,3-диамино- нафталина и растворяют его в 100 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (см. 7.4.2) при перемешивании. Раствор подвергают очистке. Для этого 100 см^3 раствора переносят в делительную воронку, приливают 15 см^3 гексана и экстрагируют примеси в течение 1–2 мин.

После расслаивания жидкостей гексан отделяют, а солянокислый раствор 2,3-диаминонафталина пропускают через фильтр «белая лента».

Раствор применяют в день приготовления.

7.4.6 Приготовление раствора селена массовой концентрации 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 переносят 5 см^3 государственного стандартного образца селена массовой концентрации 1 мг/см^3, добавляют в колбу раствор соляной кислоты молярной кон-

центрации 0,1 моль/дм^3 (см. 7.4.2), перемешивают и доводят объем в колбе до метки тем же раствором кислоты.

Срок хранения приготовленного раствора – не более 12 мес.

7.4.7 Приготовление раствора селена массовой концентрации 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 раствора селена массовой концентрации 100 мкг/см^3 (см. 7.4.6), разбавляют его раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (см. 7.4.2), доводя объем в колбе до метки и перемешивают.

Раствор применяют в день приготовления.

7.4.8 Приготовление раствора селена массовой концентрации 0,1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 переносят 5 см^3 раствора селена массовой концентрации 1 мкг/ см^3 (см. 7.4.7), разбавляют его раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (см. 7.4.2), доводя объем в колбе до метки и перемешивают.

Раствор используют в день приготовления.

7.4.9 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления фонового и рабочего градуировочных растворов берут два стакана из термостойкого стекла вместимостью 100–150 см^3. Один из них оставляют пустым (для фонового раствора), а в другой (для рабочего раствора) помещают 5,0 см^3 раствора селена массовой концентрации 0,1 мкг/см^3 (см. 7.4.8), что соответствует 0,50 мкг селена. В каждый стакан приливают по 10 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, 3 см^3 хлорной кислоты. Растворы выпаривают до начала выделения белых паров хлорной кислоты (примерно до 3 см^3).

Растворы охлаждают, стенки стаканов обмывают дистиллированной водой и вновь выпаривают до появления паров хлорной кислоты. Обработку пробы дистиллированной водой проводят для полного удаления азотной кислоты.

К растворам приливают по 1 см^3 концентрированной соляной кислоты и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем к ним приливают по 20 см^3 дистиллированной воды, обмывая ею стенки стаканов.

Растворы охлаждают, добавляют в каждый стакан по 10 капель раствора аммиака (см. 7.4.4), приливают по 2,0 см^3 раствора трилона Б массовой долей 2 % (см. 7.4 3). Выдерживают растворы в течение 5 мин, затем добавляют по 2,0 см^3 свежеприготовленного раствора 2,3-диаминонафталина массовой концентрации 1 мг/см^3 (см. 7.4.5). Растворы перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 мин.

После охлаждения растворы переносят в делительные воронки вместимостью по 100 см^3 и приливают по 5 см^3 гексана. Экстракцию проводят в течение 1 мин и дают экстрактам отстояться до разделения фаз. Водные фазы отбрасывают, а органические фазы фильтруют через фильтр «белая лента» в пробирки с притертыми пробками и проводят измерения на приборе.

Примечание – При необходимости допускается приготовление аналогичным способом растворов селена других концентраций в диапазоне линейности градуировочной зависимости (см. 7.5).

7.5 Подготовка прибора к измерениям и его градуировка

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

Возбуждение флуоресценции проводится в интервале длин волн от 350 до 400 нм, регистрацию флуоресценции – в интервале от 500 до 550 нм. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации флуоресценции выбирают в указанном диапазоне таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 7.5.4).

7.5.2 Градуировку прибора осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов, приготовленных по 7.4.9.

7.5.3 Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

7.5.4 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации рассчитывают градуировочный коэффициент f, мкг/отн. ед, по формуле

$$f = \frac{m_{гр}}{I_{гр} - I_0}, \quad (1)$$

где $m_{гр}$ – масса селена в рабочем градуировочном растворе, мкг;

$I_{гр}$ – интенсивность флуоресценции рабочего градуировочного раствора по 7.4.9, отн. ед.;

I_0 – интенсивность флуоресценции фонового градуировочного раствора по 7.4.9, отн. ед.

7.5.5 После градуировки прибора проверяют приемлемость градуировочной характеристики, используя алгоритм контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 7.6).

7.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с каждой серией испытаний с использованием контрольного образца. Контрольный образец готовят аналогично градуировочным растворам по 7.4.9, используя для этого от 0,1 до 5,0 см^3 раствора селена массовой концентрации 0,1 мкг/см^3 (см.7.4.8). Массу селена в контрольном образце, $m_к$, мкг, вычисляют по формуле

$$m_к = C \cdot V_к, \quad (2)$$

где C – массовая концентрация селена в растворе, использованном для приготовления контрольного образца, мкг/см^3;

$V_к$ – объем раствора селена по 7.4.8, использованный для приготовления контрольного образца, см^3.

Измеряют интенсивность люминесценции экстракта контрольного образца по 7.5.2 и, используя установленную по 7.5.3 или 7.5.4 градуировочную характеристику, по измеренному значению интенсивности люминесценции находят массу селена в контрольном образце согласно 8.3.1 или 8.3.2. Градуировочную характеристику признают стабильной, если выполняется условие

$$100 \cdot \frac{|m_{к.изм} - m_к|}{m_к} \le G \quad (3)$$

где $m_{к.изм}$ – измеренное значение массы селена в контрольном образце, мкг;

$m_к$ – масса селена в контрольном образце, вычисленная по формуле (2), мкг;

G – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики (20 % в диапазоне от 0,01 до 0,1 мкг селена (включительно) и 10 % в диапазоне свыше 0,1 до 0,5 мкг селена).

Если условие стабильности не выполняется, то проводят измерения массы селена в заново приготовленном контрольном образце. Результаты повторных измерений считают окончательными.

При этом если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется, то градуировку прибора проводят заново. Градуировку также проводят после ремонта или долгого простоя прибора и смене партий реактивов.

8 Проведение испытаний

8.1 Минерализация проб при повышенном давлении

Минерализацию проб при повышенном давлении проводят в соответствии с ГОСТ Р 53150, раздел 6 со следующими уточнениями:

– анализируемую пробу массой (0,100 ± 0,001) г помещают в контейнер для подготовки проб, приливают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и выдерживают в течение 10 мин без герметизации;

– проводят минерализацию анализируемой пробы под давлением в соответствии с руководством по эксплуатации используемого прибора;

– к полученному минерализату добавляют 2–3 см^3 дистиллированной воды и фильтруют смесь через фильтр «синяя лента» в колбу вместимостью 25 см^3. Контейнер и фильтр промывают дистиллированной водой в ту же колбу. Если содержание селена в анализируемой пробе менее 5 мг/кг, раствор в колбе можно не доводить до метки, т. к. он весь поступает на испытание, а если ожидаемое содержание селена выше 5 мг/кг, то объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Если ожидаемое содержание селена в пробе превышает 25 мг/кг, для испытаний отбирают 1 см^3 раствора, при ожидаемом содержании селена от 5 до 25 мг/кг отбирают около 5 см^3 раствора.

Примечание – Допускается использование иных методов минерализации проб, исключающих потери селена за счет образования летучих соединений. Проверку пригодности метода для целей настоящего стандарта проводят в соответствии с приложением А.

8.2 Подготовка минерализата к измерениям

Минерализат, полученный по 8.1, помещают в стакан вместимостью 100–150 см^3, прибавляют 3 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения белых паров хлорной кислоты (примерно до объема 3 см^3). Дальнейшую обработку проводят по 7.4.9.

8.3 Измерение интенсивности флуоресценции

8.3.1 При использовании прибора, снабженного компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, массу селена в минерализате, подготовленном по 8.2, $m_{изм}$, мкг, измеряют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

8.3.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массу селена в минерализате, полученном по 8.2, $m_{изм}$, мкг, рассчитывают по формуле

$$m_{изм} = f \cdot (I_{изм} - I_0), \quad (4)$$

где f – градуировочный коэффициент, рассчитанный по формуле (1), мкг/отн. ед;

$I_{изм}$ – измеренное значение интенсивности флуоресценции минерализата, подготовленного по 8.2, отн. ед.;

I_0 – интенсивность флуоресценции фонового градуировочного раствора (см. 7.4.9), измеренная по 7.5.2, отн. ед.

9 Обработка результатов измерений

Массовую долю селена в пробе, X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_{изм} \cdot Q}{m}, \quad (5)$$

где $m_{изм}$ – измеренное значение массы селена в подготовленном минерализате пробы (см. 8.3), мкг;

Q – коэффициент разбавления минерализата по 8.1, равный соотношению объема мерной колбы (25 см^3) и аликвотной порции минерализата (1 см^3 или 5 см^3), если минерализат не разбавляют, то Q = 1;

m – масса анализируемой пробы, г

.

Результат измерения представляют в виде $(X \pm \Delta)$, мг/кг, где Δ – абсолютная погрешность измерений при доверительной вероятности P = 0,95, которую вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot X \cdot \delta, \quad (6)$$

где 0,01 – коэффициент пересчета;

X – массовая доля селена в пробе, мг/кг;

δ – относительная погрешность измерения при доверительной вероятности P = 0,95 (см. таблицу 1).

В некоторых случаях (выборочно в каждой серии испытаний или при эпизодическом определении селена) за результат измерения принимают средне- арифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с разделом 10.

10 Контроль точности результатов испытаний

Контроль точности результатов испытаний предусматривает проведение выборочного контроля стабильности результатов испытаний с учетом условий повторяемости (сходимости) и воспроизводимости по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, X_1 и X_2, мг/кг, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости (сходимости) должно соответствовать условию

$$\left| X_1 - X_2 \right| \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r, \qquad (7)$$

где X_1 и X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

$\overline{X}$ – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Если это условие не соблюдается, испытание повторяют на удвоенном количестве проб. При повторном неудовлетворительном испытании находят и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$, мг/кг, на идентичных образцах разными операторами с использованием различного оборудования должно соответствовать условию

$$\left| X_{1лаб} - X_{2лаб} \right| = 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot R, \qquad (8)$$

где 0,01 – коэффициент пересчета;

$\overline{X}_{лаб}$ – среднеарифметическое значение результатов испытаний в двух лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (см. таблицу 1), %.

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений, мг/кг	Границы относительной погрешности измерений $\pm\delta$, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между результатами двух параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях) R, %
От 0,1 до 2,0 включ.	38	31	53
Свыше 2,0 « 100 «	24	20	34

Приложение А
(рекомендуемое)

Проверка пригодности метода минерализации проб

А.1 При освоении метода измерений, а также перед использованием альтернативных методов минерализации (см. 8.2) следует убедиться в отсутствии значимых потерь селена в виде летучих соединений.

А.2 С этой целью отбирают две пробы анализируемой продукции и к одной из них добавляют такой объем раствора селена, чтобы его массовая доля в этой пробе увеличилась по сравнению с исходным значением на 50 % – 150 %. Если содержание селена в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений (0,1 мг/кг), то величина добавки должна в 3–5 раз превышать нижнюю границу диапазона измерений.

А.3 Величину добавки, $C_Д$, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$C_Д = \frac{C_o \cdot V_o}{m}, \quad (А.1)$$

где C_o – массовая концентрация селена в растворе, использованном для внесения добавки, мг/дм^3;

V_o – объем раствора селена (аттестованной смеси), внесенного в качестве добавки, см^3;

m – масса анализируемой пробы, г.

А.4 Определяют массовые доли селена в рабочей пробе, X, мг/кг, и пробе с добавкой, $X_Д$, мг/кг, а затем проверяют выполнение условия

$$| X_Д - X - C_Д | \le 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_Д}^2}, \quad (А.2)$$

где $X_Д$ – результат контрольного измерения массовой доли селена в рабочей пробе с известной добавкой, мг/кг;

X – результат контрольного измерения массовой доли селена в рабочей пробе, мг/кг;

$C_Д$ – величина добавки селена по формуле (А.1), мг/кг;

Δ_X и $\Delta_{X_Д}$ – границы абсолютной погрешности измерений для доверительной вероятности P = 0,95, соответствующие содержанию селена в рабочей пробе и в пробе с добавкой соответственно, мг/кг.

Значения Δ_X, мг/кг, и, $\Delta_{X_Д}$, мг/кг, вычисляют по формулам

$$\Delta_X = 0{,}01 \cdot \delta_X \cdot X, \quad (А.3)$$

$$\Delta_{X_Д} = 0{,}01 \cdot \delta_{X_Д} \cdot X_Д, \quad (А.4)$$

где 0,01 – коэффициент пересчета;

δ_X и $\delta_{X_Д}$ – границы относительной погрешности измерений для доверительной вероятности P = 0,95, соответствующие содержанию селена в рабочей пробе и в пробе с добавкой соответственно (см. таблицу 1), %.

X – результат контрольного измерения массовой доли селена в рабочей пробе, мг/кг;

$X_Д$ – результат контрольного измерения массовой доли селена в рабочей пробе с известной добавкой, мг/кг.

А.5 Если неравенство (А.2) выполняется, то значимых потерь селена в процессе минерализации не наблюдается. В противном случае выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120

Ключевые слова: корм, комбикорм, комбикормовое сырье, метод, селен, массовая доля, минерализация, экстракция, флуоресценция, анализатор жидкости, градуировка, метрологические характеристики

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 862.

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