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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 31651— 2012**

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектрометрии

**Издание официальное**

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

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

**Сведения о стандарте**

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 50 от 20 июля 2012 г.)

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 |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 сентября 2012 г. № 442-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31651—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53351—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»*

© Стандартинформ, 2013

В Российский 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

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Сущность метода . . . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы . . . . . 2
5 Порядок подготовки к проведению испытания . . . . . 3
6 Порядок проведения испытания . . . . . 4
7 Обработка и оформление результатов испытания . . . . . 5
8 Метрологические характеристики . . . . . 6
9 Контроль качества результатов измерений . . . . . 6
10 Требования к квалификации операторов . . . . . 6

МКС 11.220, 65.120

**Поправка к ГОСТ 31651—2012 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектрометрии**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Раздел 2 | ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования | — |
| Пункт 4.1, второе перечисление | с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг по ГОСТ 24104; | с действительной ценой деления шкалы не более 0,1 мг; |
| Пункт 5.2.1, первое перечисление | - температура воздуха — от 10 °С до 35 °С; | - температура окружающего воздуха — от 15 °С до 35 °С; |
| третье перечисление | - влажность воздуха при температуре 25 °С — от 30 % до 80 % | - относительная влажность воздуха — от 20 % до 80 %. |

(ИУС № 12 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Medical remedies for animals, feeds and feed additives.
Determination of mass fraction of selenium by atom absorption spectrometric method

**Дата введения — 2014—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки и устанавливает метод гидридной атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовых долей селена в диапазоне измерений от 0,25 до 1,50 млн$^{-1}$ (мг/кг).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

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

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

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

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. 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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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.

**Издание официальное**

## 3 Сущность метода

3.1 Метод основан на образовании гидрида селена после кислотной минерализации образца в закрытой системе микроволновой печи с последующим восстановлением Se (IV) в газообразный гидрид селена боргидридом натрия, введении гидрида селена в нагретый кварцевый атомизатор и измерении величины атомного поглощения селена (аналитическая линия 196,0 нм), образующегося при термическом разложении гидрида селена.

3.2 В процессе подготовки пробы соединения селена переводятся в соединения Se (IV), которые количественно восстанавливаются до гидрида.

3.3 При определении селена в водорастворимых лекарственных средствах кислотная минерализация не требуется.

## 4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

4.1 Для определения массовой доли селена используют следующие средства измерений и вспомогательное оборудование:

- пламенный атомно-абсорбционный спектрометр любой марки, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный спектральной лампой, которая излучает спектр селена, и снабженный системой генерации гидридов, включающий в себя аналитический модуль или приставку для генерации гидридов, атомизатор — кварцевую ячейку и программное обеспечение, управляющее работой системы генерации гидридов. Указанное программное обеспечение может быть составной частью программного обеспечения к спектрометру;
- весы лабораторные высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг по ГОСТ 24104;
- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки образцов с мощностью 1600 ватт и частотой магнетрона 220—240 V/50 Гц;
- национальные стандартные образцы состава водного раствора ионов Se (IV) с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$. Массовые концентрации в стандартном образце раствора ионов селена должны быть не менее 0,05 мг/см$^3$ и не более 1,00 мг/см$^3$;
- баня ультразвуковая;
- плитка электрическая по ГОСТ 14919;
- баня водяная лабораторная.

4.2 Для определения массовой доли селена используют следующие лабораторную посуду и материалы:

- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- колбы 1—50 (100; 500)—2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1(2,3)—100—1 по ГОСТ 1770;
- воронки ВФ—1(2)—60 — ПОР 500 ТХС по ГОСТ 25336;
- фильтры обеззоленные с синей лентой, диаметром от 7 до 10 см.

4.3 Для определения массовой доли селена используют следующие реактивы:

- натрия боргидрид, х. ч.;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- карбамид по ГОСТ 6691;
- аргон газообразный в баллоне, снабженном редуктором по ГОСТ 10157;
- ацетилен технический, растворенный и газообразный по ГОСТ 5457;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261;
- перекись водорода по ГОСТ 177;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.4 Все реактивы должны относиться к подгруппе чистоты 1 (ос. ч.) или 2 (х. ч.) по ГОСТ 13867.

4.5 Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

## 5 Порядок подготовки к проведению испытания

### 5.1 Отбор проб

Отбор проб лекарственных средств для животных проводят по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт; кормов и кормовых добавок — в соответствии с ГОСТ 13496.0.

### 5.2 Подготовка прибора к работе и условия выполнения измерений

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

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 10 °С до 35 °С;
- атмосферное давление — от 630 до 800 мм рт. ст. (от 840 до 1067 ГПа);
- влажность воздуха при температуре 25 °С — от 30 % до 80 %.

Рабочая длина волны при определении селена — 196,0 нм.

5.2.2 Систему генерации подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации системы и/или прибора.

### 5.3 Приготовление вспомогательных растворов

#### 5.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты

При приготовлении вспомогательных растворов для канала кислоты используют раствор соляной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм$^3$. Для этого в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$ отбирают мерным цилиндром 93 см$^3$ концентрированной соляной кислоты с плотностью 1,19 г/см$^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора не ограничен.

#### 5.3.2 Приготовление 0,3 %-ного раствора боргидрида натрия

Для канала восстановителя используют 0,3 %-ный раствор боргидрида натрия в 0,5 %-ном растворе гидроокиси натрия. Для этого 0,5 г гидроокиси натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, затем добавляют 0,3 г боргидрида натрия и перемешивают. После полного растворения доводят до метки дистиллированной водой.

Для анализа используют свежеприготовленный раствор.

#### 5.3.3 Приготовление 20 %-ного раствора карбамида

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 20 г карбамида и растворяют в 50 см$^3$ дистиллированной воды. Затем доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

#### 5.3.4 Приготовление фонового раствора соляной кислоты

Фоновый раствор соляной кислоты готовят смешиванием 500 см$^3$ концентрированной соляной кислоты с 500 см$^3$дистиллированной воды.

Срок хранения раствора не ограничен.

### 5.4 Приготовление градуировочных растворов

#### 5.4.1 Приготовление промежуточного раствора селена А

Для приготовления промежуточного раствора А с массовой концентрацией селена 0,1 мг/см$^3$ вскрывают стеклянную ампулу национального стандартного образца состава водного раствора ионов Se (IV) с массовой концентрацией 1,0 мг/см$^3$, отбирают пипеткой 5 см$^3$ стандартного образца, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, доводят объем до метки раствором соляной кислоты по 5.3.4 и перемешивают.

Срок хранения раствора — 6 мес.

#### 5.4.2 Приготовление промежуточного раствора селена Б

Для приготовления промежуточного раствора селена Б с массовой концентрацией селена 0,01 мг/см$^3$ помещают 5 см$^3$ промежуточного раствора А в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ и доводят до метки раствором соляной кислоты по 5.3.4.

Срок хранения раствора — 20 дней.

#### 5.4.3 Приготовление промежуточных растворов селена В и Г

Промежуточные растворы селена В и Г с массовой концентрацией 1,0 и 0,1 мг/дм$^3$ соответственно готовят как раствор Б, последовательно разбавляя каждый вновь приготовленный раствор соляной кислотой по 5.3.4.

Растворы В и Г готовят в день проведения анализа.

**5.4.4 Приготовление градуировочных растворов селена массовой концентрацией 5,0; 10,0; 30; 50 мкг/дм$^3$**

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ отбирают пипеткой 2,5; 5,0; 15,0; 25,0 см$^3$ раствора Г, доводят до метки фоновым раствором соляной кислоты по 5.3.4 и тщательно перемешивают.

Растворы готовят непосредственно перед проведением анализа.

**5.5 Градуировка прибора**

Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов, приготовленных по 5.4.4. Нуль прибора устанавливают по фоновому раствору соляной кислоты. Градуировочные растворы прокачивают через систему. Регистрируют атомное поглощение каждого раствора три раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений.

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных измерений градуировочного раствора не должно превышать 10 %. Строят градуировочный график.

Устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации селена в растворе, мкг/дм$^3$.

**5.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

5.6.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве образца для контроля стабильности градуировочной характеристики используют раствор селена, приготовленного аналогично 5.4.4. Массовую концентрацию селена в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики выбирают, исходя из предполагаемого содержания селена в анализируемых пробах.

Регистрируют не менее двух раз атомное поглощение раствора образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, вычисляют среднеарифметическое и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию селена.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется условие:

$$\frac{|C_П - C_0|}{C_0} \le 0{,}1, \qquad (1)$$

где $C_П$ — измеренное значение массовой концентрации селена в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$;

$C_0$ — действительное значение массовой концентрации селена в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$.

Если условие (1) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. Результаты повторного контроля считают окончательными, градуировку прибора по 5.5 проводят заново.

## 6 Порядок проведения испытания

**6.1 Микроволновая минерализация проб**

6.1.1 Для минерализации проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (полиминеральные добавки, лекарственные средства, содержащие селен), процедуру проводят в одну стадию с использованием концентрированной азотной кислоты. При минерализации проб с органической матрицей [белково-витаминно-минеральные концентраты (БВМК), комбикорма, корма для мелких домашних животных] процесс проводят с постепенным увеличением давления и второй стадией минерализации с добавлением перекиси водорода.

Для проведения минерализации пробы в закрытой системе используют микроволновую лабораторную печь.

6.1.2 Устанавливают программу проведения минерализации в соответствии с рекомендациями изготовителя микроволновой печи. Например, при использовании микроволновой печи MDS-2000 фирмы CEM (США) параметры программы, подобранные по типам кормов и кормовых добавок, выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

| Тип анализируемого образца | Навеска, г | Параметры разложения | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1 стадия (с $HNO_3$) | | | 2 стадия (с $H_2O_2$) | | |
| | | этап | давление, МПа | время, мин | этап | давление, МПа | время, мин |
| Полиминеральные добавки, премиксы, л/с, содержащие селен | 0,8 | 1<br>2<br>3 | 0,35<br>0,70<br>1,00 | 5<br>10<br>10 | — | — | — |
| ББМК, комбикорма, корма для непродуктивных животных | 0,5 | 1<br>2<br>3<br>4<br>5 | 0,35<br>0,55<br>0,70<br>0,90<br>1,00 | 5<br>5<br>8<br>10<br>10 | 1 | 0,35 | 10 |

6.1.3 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- навеску 0,5 или 0,8 г (в зависимости от типа пробы) помещают в стакан-автоклав;
- добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и герметизируют сосуд, при необходимости поместив в него датчик контроля давления и/или температуры;
- параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (контрольный раствор);
- помещают карусель с автоклавами в печь и проводят разложение в зависимости от выбранной программы для данного типа образца;
- по окончании разложения сосуды охлаждают и вскрывают в соответствии с руководством (инструкцией) изготовителя микроволновой лабораторной печи.

Для образцов с органической матрицей проводят вторую стадию минерализации. Для этого к охлажденной пробе добавляют 2 $см^3$ перекиси водорода, снова закрывают сосуд, помещают в микроволновую печь и вновь подвергают минерализации по выбранной программе.

6.1.4 Для перевода всех форм селена в селен (IV) в колбу вместимостью 50 $см^3$ добавляют 25 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и полученный после микроволновой минерализации раствор, фильтруя через обеззоленный фильтр «синяя лента». Добавляют 3 $см^3$ раствора карбамида 20 %-ного по 5.3.3 и нагревают на водяной бане в течение 10 мин при температуре не более 90 °С. Затем раствор дегазируют в ультразвуковой бане и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**6.2 Измерение атомного поглощения селена**

Измеряют атомное поглощение селена в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы (см. 6.1.3) три раза. Вычисляют среднеарифметическое измеренных значений в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по 5.5. Используя градуировочную характеристику 5.5, вычисляют массовую концентрацию элемента.

## 7 Обработка и оформление результатов испытания

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

$$C = \frac{(C_1 - C_к) \cdot p \cdot V_к}{1000\ B}, \quad (2)$$

где $C_1$ — массовая концентрация селена в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику по 5.5, мкг/$дм^3$;

$C_к$ — массовая концентрация селена в контрольном растворе 5.4, найденная по градуировочному графику по 5.5, мкг/$дм^3$;

$p$ — коэффициент разбавления пробы;

$V_к$ — объем раствора пробы после минерализации по 6.1.3, $дм^3$;

$B$ — масса навески, кг;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг.

За результат измерений принимают среднеарифметическое двух параллельных измерений.

7.2 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

## 8 Метрологические характеристики

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

| Диапазон измерений, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел повторяемости $r$, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел воспроизводимости $R$, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$, млн$^{-1}$ (мг/кг) |
|---|---|---|---|
| От 0,25 до 1,50 вкл. | 0,40$C$ | 0,47$C$* | 0,35$C$* |
| *$C$ — результат измерений массовой доли селена в пробе по формуле (2). | | | |

## 9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6).

## 10 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой атомно-абсорбционного анализа, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами и освоивший настоящую методику выполнения измерений.

УДК 619:615.355:636.087.8:006.354 МКС 11.220
65.120

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

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.10.2012. Подписано в печать 25.02.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 120 экз. Зак. 203.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru