МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ

Издание официальное

БЗ 2—98/233

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ВНИИкормов), Межгосударственным Техническим комитетом МТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 28 апреля 1998 г. № 161 межгосударственный стандарт ГОСТ 30504—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб 2
4 Пламенно-фотометрический метод определения содержания калия 2
4.1 Определение содержания калия в пробах, подготовленных способом мокрого озоления . 2
4.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы 2
4.2 Подготовка к испытанию 3
4.2.1 Подготовка проб 3
4.2.2 Приготовление растворов 3
4.3 Проведение испытания 4
4.3.1 Построение градуировочного графика 4
4.4 Обработка результатов 4
4.5 Определение содержания калия в пробах после сухого озоления 5
4.5.1 Аппаратура, материалы и реактивы 5
4.6 Подготовка к испытанию 6
4.6.1 Подготовка проб 6
4.6.2 Приготовление растворов 6
4.7 Проведение испытания 6
4.7.1 Построение градуировочного графика 7
4.8 Обработка результатов 7
5 Требования техники безопасности 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Пламенно-фотометрический метод определения содержания калия

Fodders, mixed fodders and mixed fodder raw materials.
Flame photometric method for determination of potassium content

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов, комбикормовое сырье (за исключением минерального сырья, дрожжей кормовых и паприна) и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения содержания калия.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Соляная кислота. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Серная кислота. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Азотная кислота. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7631—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных исследований

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

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 21769—84 Зелень древесная. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

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

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835—2) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835—3) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29230—91 (ИСО 835—4) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 29253—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

3 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 21769, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668, ГОСТ 28736

4 ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ

Пламенно-фотометрический метод определения содержания калия основан на зависимости между интенсивностью излучения в пламени возбуждаемого элемента и концентрацией его в растворе. При определении содержания калия используют спектральные линии 766,5 и 769,9 нм.

4.1 Определение содержания калия в пробах, подготовленных способом мокрого озоления (Основной метод)

4.1.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мельница лабораторная МРП-2.

Сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры до 150 °С с погрешностью ±2 °С.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм

Ножницы.

Сигнальные часы.

Мезгообразователь МЛ-I.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Нагревательный блок для пробирок или плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Пробирки мерные с пробками из термостойкого стекла вместимостью 100 $см^3$ или колбы мерные вместимостью 100 $см^3$.

Колбы мерные 1(2)-2-100 (500, 1000) по ГОСТ 1770.

Бюретки 1(2)-1(2)-50 по ГОСТ 29252.

Бюретки 2-1-50 по ГОСТ 29253.

Дозатор вместимостью 3 $см^3$ с погрешностью дозирования не более 1 %.

Поршневая пипетка вместимостью 2 $см^3$ с погрешностью дозирования не более 1 %.

Колбы или стаканы химические 1(2)-2-50(100) по ГОСТ 25336.

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

Пипетки градуированные 1(2,3)-1(2)-2(5,10) по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные 4-1-2(5,10) по ГОСТ 29229.

Пипетки градуированные 5-2-2(5,10) по ГОСТ 29230.

Фотометр пламенный автоматический ФПА-2 или других аналогичных марок: ФП-101, ПАЖ-1, ПАЖ-2.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.
Калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч.
Серная кислота по ГОСТ 4204, х.ч., ч.д.а.
Пероксид водорода по ГОСТ 10929, х.ч., ч.д.а, раствор с массовой долей 30 %.
Селен аморфный по ГОСТ 10298, ч.
Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан в баллоне.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже указанных.

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 *Подготовка проб*

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Среднюю пробу сена, соломы, сенной резки, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 150 г.

Комбикорма, жмыхи, шроты, брикеты, гранулы размалывают без предварительного подсушивания. Размолотый материал просеивают через сито, остаток на сите измельчают в ступке, затем добавляют к пробе и перемешивают.

Объединенную пробу муки животного происхождения массой не менее 1,5 кг тщательно перемешивают. Для анализа отбирают 0,5 кг муки, тщательно перемешивают, высыпают на бумагу и разравнивают тонким слоем. Затем методом квартования выделяют пробу массой 150 г, размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания. Остаток на сите измельчают в ступке, добавляют к пробе и перемешивают.

Пробы хранят в сухом месте в стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой. Пробы жидких кормов анализируют без предварительной подготовки.

4.2.2 *Приготовление растворов*

4.2.2.1 Приготовление раствора серной кислоты, содержащей селен

Аморфный селен растворяют при нагревании в колбе из термостойкого стекла в концентрированной серной кислоте до полного его растворения из расчета: 5 г селена на 1000 $см^3$ кислоты. Раствор должен быть прозрачным.

4.2.2.2 Приготовление стандартного раствора фосфорнокислого калия

3,480 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного при температуре 100—105 °С в течение 2 ч, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и хранят в склянке с притертой пробкой не более одного года. В 1 $см^3$ стандартного раствора содержится 1 мг калия.

4.2.2.3 Приготовление стандартного раствора хлористого калия

1,907 г перекристаллизованного хлористого калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. В 1 $см^3$ стандартного раствора содержится 1 мг калия.

4.2.2.4 Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 1000 $см^3$ из бюретки вместимостью 50 $см^3$ приливают стандартный раствор фосфорнокислого калия или хлористого калия в объемах, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Номер раствора сравнения	Объем стандартного раствора фосфорнокислого калия или хлористого калия, $см^3$	Масса калия в 100 $см^3$ раствора сравнения, мг
1	0	0
2	2,5	0,25
3	5	0,50
4	10	1,00
5	15	1,50
6	20	2,00
7	30	3,00
8	40	4,00
9	50	5,00

В каждую колбу наливают дистиллированную воду и добавляют 30 см^3 серной кислоты, содержащей селен. Растворы охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки. После прибавления каждого из указанных реактивов растворы тщательно перемешивают.

При температуре 15—28 °С растворы сравнения хранят не более 3 мес в местах, защищенных от прямых солнечных лучей.

4.3 Проведение испытания

0,2 г воздушно-сухой пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, переносят в мерную колбу или мерную пробирку вместимостью 100 см^3 и приливают 2 см^3 30 %-ного раствора пероксида водорода. Через 1,5—2 мин в мерную колбу или пробирку приливают 3 см^3 концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и слегка встряхивают.

Пробирки помещают в холодные нагревательные блоки с автоматической регулировкой температуры и в течение 0,5—1 ч повышают температуру до 380 °С — начало времени озоления. Озоление в мерных колбах проводят на электрической плитке с закрытой спиралью и температурой нагрева до 400 °С. Если через 30 мин в колбах и через 1,5 ч в пробирках не происходит обесцвечивание растворов, их охлаждают до 60—80 °С, приливают 1 см^3 пероксида водорода и продолжают нагревать до обесцвечивания. После этого растворы охлаждают, доводят дистиллированной водой до 100 см^3 и перемешивают. Данные растворы являются исходными для определения в них содержания калия, фосфора, кальция и азота. Подготовка контрольного раствора (холостое определение) включает все стадии проведения анализа, кроме взятия навески анализируемой пробы.

Для проведения анализа в химические стаканы или конические колбы вместимостью 50—100 см^3 вносят по 30—40 см^3 зольных растворов анализируемых проб, контрольный раствор и растворы сравнения.

Подготовка пламенного фотометра к работе проводится согласно инструкции по его эксплуатации.

В горелку пламенного фотометра подают горючий газ (пропан-бутан) и смесь зажигают. Устанавливают необходимое давление воздуха и газа. В распылитель вводят воду, включают фотоэлемент (засвечивание фотоэлемента проводят через светофильтр определяемого элемента). Через 15—20 мин начинают фотометрировать шкалу растворов сравнения в порядке возрастания концентрации. Отсчет показаний по шкале гальванометра проводят не сразу, так как первые порции раствора должны промыть систему после предыдущего раствора. После фотометрирования растворов сравнения приступают к фотометрированию растворов испытуемых проб и контрольного раствора, следя за сохранением постоянного давления воздуха и газа. Для контроля стабильности работы фотометра после каждых десяти растворов проводят повторный отсчет по шкале гальванометра одно или двух растворов сравнения, близких по концентрации к испытуемым пробам. Регулировку показаний шкалы гальванометра проводят при помощи диафрагмы. При значительном отклонении шкалы гальванометра от первоначальных показаний (на 2—3 деления шкалы и более), заново проводят фотометрирование всех растворов сравнения и строят новый график. Испытуемые зольные растворы анализируемых проб также снова фотометрируют. Необходимо следить, чтобы всасывающий капилляр распылителя был погружен на одну и ту же глубину.

4.3.1 *Построение градуировочного графика*

По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на горизонтальной оси значения концентрации калия в мг/100 см^3 раствора сравнения, на вертикальной — показания шкалы гальванометра. Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение результатов двух отсчетов на приборе.

4.4 Обработка результатов

Массовую долю калия в исследуемой пробе X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a - b)\,100\,K}{m}, \qquad (1)$$

где a — масса калия в 100 см^3 анализируемого раствора золы, найденная по графику, мг;

b — среднее арифметическое значение массы калия в 100 см^3 контрольного раствора, найденное по графику, мг;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

K — коэффициент, учитывающий разбавление испытуемых растворов;

m — масса навески, мг.

Массовую долю калия в пересчете на абсолютно сухое вещество X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \qquad (2)$$

где X — массовая доля калия в испытуемой пробе, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс} = 0,064\ \overline{X} + 0,027, \text{ сходимость} \quad (3)$$

$$D_{абс} = 0,116\ \overline{\overline{X}} + 0,031, \text{ воспроизводимость} \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях, %.

Допускаемая погрешность результата анализа (Δ_{Σ} абс.) при односторонней доверительной вероятности $\overline{P} = 0,95$ вычисляют по формуле:

$$\Delta_{\Sigma}\ абс. = 0,069\ \overline{X} + 0,018. \quad (5)$$

Допускается проведение анализов без параллельных определений при использовании в партии анализируемых проб стандартных образцов (СО), при этом разница между полученным результатом анализа СО и аттестованным в СО значением массовой доли калия не должна превышать $\overline{D}$.

$$\overline{D} = 0,082\ X_{атт} + 0,022, \quad (6)$$

где $\overline{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от аттестованного значения массовой доли калия, %;

$X_{атт}$ — аттестованное значение массовой доли калия, %, указанное в свидетельстве на СО.

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат однократного (единичного) определения.

Контрольные анализы образцов испытуемой пробы и анализы СО проводят в двух параллельных определениях.

4.5 Определение содержания калия в пробах после сухого озоления

4.5.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Измельчитель проб растений ИПР-2 или других аналогичных марок.

Мельница лабораторная МРП-2 или других аналогичных марок.

Сушилка проб кормов или шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры до 150 °С с погрешностью ±2 °С.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Ножницы.

Мезгообразователь МЛ-1 или других аналогичных марок.

Тигли фарфоровые № 3 или № 4 по ГОСТ 9147.

Щипцы для тиглей муфельные.

Муфельная печь электрическая по ГОСТ 9736, обеспечивающая поддержание температуры до 600 °С с погрешностью ±25 °С или других аналогичных типов.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или других аналогичных типов.

Бюретки 1(2)-1(2)-50 по ГОСТ 29252.

Бюретки 2-1-50 по ГОСТ 29253.

Фотометр пламенный ФП-101, ПАЖ-1, ПАЖ-2, ФПА-2 или других аналогичных марок.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Колбы или стаканы химические 1(2)-2-50(100) по ГОСТ 25336.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а., концентрированная и разбавленная дистиллированной водой 1:1 по объему.

Азотная кислота по ГОСТ 4461, х.ч., ч.д.а.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929, х.ч., ч.д.а, раствор с массовой долей 30 % и раствор, разбавленный дистиллированной водой 1:9.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан в баллоне.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

4.6 Подготовка к испытанию

4.6.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

4.6.2 *Приготовление растворов*

4.6.2.1 Приготовление раствора пероксида водорода 1:9

К одному объему пероксида водорода массовой долей 30 % приливают 9 объемов дистиллированной воды, перемешивают.

4.6.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты 1:1

К одному объему концентрированной соляной кислоты с массовой концентрацией HCl 1,18—1,20 г/см^3 приливают один объем дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

4.6.2.3 Приготовление стандартного раствора фосфорнокислого калия по 4.2.2.2

4.6.2.4 Приготовление стандартного раствора хлористого калия по 4.2.2.3

4.6.2.5 Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 500 см^3 из бюретки вместимостью 50 см^3 приливают стандартный раствор фосфорнокислого калия или стандартный раствор хлористого калия в объемах, указанных в таблице 2. В каждую колбу добавляют 5 см^3 разбавленного 1:1 раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Растворы сравнения хранят не более 3 мес при температуре 15—28 °С в местах, защищенных от прямых солнечных лучей.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем стандартного раствора фосфорнокислого калия или хлористого калия, см^3	Масса калия в 100 см^3 раствора сравнения, мг
1	0	0
2	2,5	0,5
3	5	1,0
4	10	2,0
5	15	3,0
6	20	4,0
7	30	6,0
8	40	8,0
9	50	10,0

Для приготовления растворов сравнения при анализе кормов животного происхождения в мерные колбы вместимостью 500 см^3 приливают стандартный раствор фосфорнокислого калия или хлористого калия в объемах, указанных в таблице 2. Затем в каждую колбу добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, 25 см^3 разбавленной (1:1) соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

4.7 Проведение испытания

В предварительно прокаленный, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с погрешностью не более 0,001 г тигель берут навеску испытуемой пробы, приготовленной по 4.2.1, массой 0,5—2,0 г в зависимости от ожидаемого содержания калия в анализируемой пробе. Тигель помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 200—250 °С (до появления дыма). Допускается предварительное сжигание пробы на электрической плитке, песчаной бане или газовой горелке, при этом следует избегать воспламенения пробы, помещая тигли на асбестовую сетку.

После прекращения выделения дыма температуру в муфельной печи увеличивают до (525±25) °С и ведут прокаливание 4—5 ч, затем тигли с золой охлаждают. Отсутствие несгоревших частиц угля и равномерный светло-серый (иногда розовый, зеленоватый или голубоватый) цвет золы указывает на полное озоление навески. В противном случае золу осторожно смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, приливают 1—2 см^3 пероксида водорода (1:9) и содержимое тигля выпаривают (в сушильном шкафу, на электроплитке или другим способом) и затем тигли с золой снова помещают в муфельную печь, прокаливают при температуре (525±25) °С еще в течение 1 ч. Затем тигли охлаждают, золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 1 см^3 соляной кислоты (1:1), 5—10 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят, не фильтруя, через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Тигель и воронку тщательно обмывают водой, доводят раствор водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Аликвоту для анализа берут, не встряхивая осадка. Подготовка контрольного раствора (холостое определение) включает все стадии анализа, кроме взятия навески.

Золу, полученную при сжигании проб костной, мясокостной или рыбной муки, смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, приливают 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, затем 5 $см^3$ разбавленного раствора (1:1) соляной кислоты, доводят до кипения, охлаждают и содержимое тигля переносят, не фильтруя, через воронку, в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Для проведения испытания в химические стаканы или колбы вместимостью 50—100 $см^3$ вносят 30—40 $см^3$ зольных растворов анализируемых проб, контрольный раствор и растворы сравнения. Затем подготавливают пламенный фотометр к работе согласно инструкции по его эксплуатации и проводят фотометрирование подготовленных растворов по 4.3.

При высоком содержании калия в анализируемой пробе проводят разбавление зольного раствора пробы раствором сравнения № 1, не содержащим калия.

4.7.1 Построение градуировочного графика — по 4.3.1.

4.8 Обработка результатов — по 4.4.

5 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы, связанные с приготовлением растворов кислот, их хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо соблюдать все требования техники безопасности при работе на электроприборах.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120.19 С19 ОКСТУ 9709, 9209

Ключевые слова: калий, корма, комбикорма, метод, пламенный фотометр, озоление

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 12.05.98. Подписано в печать 24.06.98. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,03. Тираж 369 экз. С 760. Зак. 501.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru