ГОСТ 28901—91
(ИСО 6490-2—83)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное

БЗ 5—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.085.3:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кальция методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ 28901—91 (ИСО 6490-2—83)

Animal feeding stuffs.
Determination of calcium content.
Atomic absorption spectrometric method

МКС 65.120
ОКСТУ 9709

Дата введения 01.01.92

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии определения содержания кальция в кормах для животных.

Минимальное определение кальция — 10 мг/кг.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в разрушении органического вещества путем озоления навески пробы корма, растворении кальция соляной кислотой и разбавлении солянокислого раствора раствором лантана, который является спектральным буфером.

4. РЕАКТИВЫ

Все реактивы должны быть аналитического качества, вода двойной дистилляции, деионизированная или дважды деионизированная.

4.1. Соляная кислота, концентрированная 1,18—1,19 г/см^3.

4.2. Соляная кислота, раствор молярной концентрации 6 моль/дм^3.

4.3. Лантан хлористый, раствор готовят следующим образом: в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 25 г хлористого лантана с низким содержанием кальция в 75 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствору дают остыть, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

4.4. Кальций, основной раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

4.4.1. Готовят следующим образом: взвешивают 2,497 г карбоната кальция, который предварительно просушивают при температуре 105 °С в течение 1 ч и переносят количественно с помощью 100 см^3 воды в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. Затем в колбу добавляют 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, для растворения карбоната кальция колбу доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2005

4.4.2. Кальций, рабочий раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3, готовят следующим образом: переносят пипеткой 10 см^3 основного раствора кальция в колбу вместимостью 250 см^3, добавляют несколько капель концентрированной соляной кислоты, доливают колбу водой до метки и перемешивают.

В 1 см^3 рабочего раствора содержится 40 мг кальция.

5. АППАРАТУРА

5.1. Электрическая муфельная печь температурой нагрева (550±10) °С.

5.2. Тигель для прокаливания из платины или кремния.

5.3. Атомно-абсорбционный спектрометр с использованием воздушно-ацетиленового пламени.

5.4. Беззольная фильтровальная бумага.

5.5. Химические стаканы вместимостью 250 см^3.

5.6. Колбы мерные вместимостью 100 и 250 см^3.

5.7. Пипетки вместимостью 5, 10, 15, 20 и 25 см^3.

5.8. Песочная баня и нагревательная пластина с нагревом до 150 °С.

5.9. Весы аналитические.

6. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

6.1. Отбор и подготовка пробы — по ГОСТ 13496.0.

6.2. Навеска пробы

6.2.1. Пробы, содержащие органическое вещество

В тигель отвешивают, в зависимости от содержания кальция, 1—5 г пробы с погрешностью 1 мг.

6.2.2. Пробы, не содержащие органические вещества

В химический стакан вместимостью 250 см^3 отвешивают, в зависимости от содержания кальция, 1—5 г пробы с погрешностью 1 мг.

6.3. Приготовление анализируемого раствора

6.3.1. Озоление (для проб, содержащих органические вещества)

Тигель с пробой, содержащей органические вещества, помещают в холодную муфельную печь и постепенно повышают температуру в печи до (550±10) °С примерно за 1,5 ч. Эту температуру поддерживают до тех пор, пока в золе не останется частичек углерода (если необходимо, температуру поддерживают в течение 16 ч). Затем тигель вынимают из печи и дают остыть. Количественно переносят золу в химический стакан вместимостью 250 см^3, смачивают золу водой. Затем ополаскивают тигель примерно 5 см^3 концентрированной соляной кислотой, собирая все промывные воды в химический стакан. Добавлять воду и кислоту следует осторожно, так как возможна бурная реакция.

Выпаривают содержимое стакана до сухого состояния на песочной бане при температуре 150 °С.

6.3.2. Разбавление кальция

6.3.2.1. В химический стакан с пробой корма, не содержащей органического вещества, или в стакан с золой, полученной после озоления органического вещества пробы корма, добавляют 15 см^3 соляной кислоты молярной концентрации 6 моль/дм^3, 120 см^3 воды и доводят до кипения.

Раствор фильтруют через фильтровальную бумагу в мерную колбу вместимостью 250 см^3.

6.3.2.2. Если на фильтровальной бумаге обнаруживают следы углерода, то фильтр промывают 5 см^3 раствора соляной кислоты и небольшим количеством горячей воды, собирая фильтрат в мерную колбу. Колбу доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.2.3. В случае, если на фильтре остатки будут черные, то фильтр помещают в тигель и снова озоляют в муфельной печи при температуре (550±10) °С до тех пор, пока полностью не исчезнут углеродистые частицы (этот процесс обычно длится 3—5 ч). Тиглю дают остыть, добавляют 2 см^3 концентрированной соляной кислоты и выпаривают до сухого состояния на песчаной бане или на горячей плите при температуре 150 °С. Затем в тигель добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм^3, нагревают и фильтруют через фильтровальную бумагу в мерную колбу, содержащую ранее собранный фильтрат.

Фильтр промывают водой и доливают колбу водой до метки. Раствор в колбе перемешивают.

Примечание. При анализе таких продуктов как алюмокальциевые фосфаты, плохо растворяющиеся в соляной кислоте, проводят щелочную плавку. Для этого смешивают навеску пробы в платиновом тигле с пятикратным количеством смеси в равных частях карбоната калия и карбоната натрия. Осторожно нагревают до тех пор, пока смесь полностью не растворится. Охлаждают и осадок осторожно растворяют в растворе соляной кислоты по п. 6.3.2.1.

6.4. Контрольный опыт

Одновременно с анализом пробы корма проводят анализ контрольной пробы, используя те же реактивы, но без навески корма.

6.5. Построение градуировочного графика

6.5.1. *Приготовление градуировочных растворов*

В каждую из 6 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вносят соответственно 0; 5; 10; 15; 20 и 25 $см^3$ рабочего раствора кальция. В каждую колбу добавляют 20 $см^3$ раствора хлорида лантана, доливают колбу до метки и перемешивают. Эти растворы содержат соответственно 0; 2; 4; 6; 8 и 10 $мкг/см^3$ кальция.

Примечание. При анализе минеральных компонентов, которые богаты щелочными металлами, градуировочные растворы приготовляют, добавляя растворы, содержащие ионы калия и натрия в одинаковых пропорциях.

6.5.2. Спектрометрические измерения

Измеряют абсорбции градуировочных растворов с различным содержанием кальция, используя атомно-абсорбционный спектрометр с длиной волны 422,7 нм.

6.5.3. Построение графика

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс содержание кальция в микрограммах на 1 $см^3$ и по оси ординат соответствующие значения абсорбции градуировочных растворов.

6.6. Определение

6.6.1. Приготовление разбавленных растворов

Проводят первое разбавление растворов проб корма согласно предполагаемому содержанию кальция. Используя аликвотную часть раствора, выполняют первичное разбавление в мерной колбе соответствующей вместимости.

Проводят второе разбавление, добавляя 20 $см^3$ раствора хлористого лантана к аликвотной части раствора, после первичного разбавления.

6.6.2. Спектрометрические измерения

Измеряют абсорбцию анализируемого раствора и раствора контрольной пробы. Корректируют абсорбцию анализируемого раствора, если абсорбция раствора контрольной пробы отличается от абсорбции нулевого градуировочного раствора.

6.7. Число определений

Для каждой навески пробы корма проводят два определения.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю кальция в корме (X), выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot F}{40m},$$

где C — содержание кальция в микрограммах на 1 $см^3$ анализируемого раствора, установленное по градуировочному графику;

F — коэффициент, обратный разбавлению анализируемого раствора;

m — масса навески, г.

8. ТОЧНОСТЬ

Два межлабораторных испытания, в которых участвовали 13 и 12 лабораторий, соответственно, причем каждая выполнила по три определения, дали статистические результаты, обобщенные в таблице. Результаты выражаются в процентах.

9. ОТЧЕТ

В отчете об испытании должен быть отражен используемый метод и полученный результат. Также необходимо указать все рабочие условия, неспецифичные для настоящего стандарта.

Отчет должен давать информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Отбор проб	Гранулированные корма для свиней	Порошкообразные корма для цыпленка	Мясной корм	Смесь кормов
Количество лабораторий	11	11	10	10
Средний результат	0,83	3,41	5,54	18,5
Стандартное отклонение сходимости (S_r)	0,03	0,05	0,07	0,20
Коэффициент вариации сходимости, %	3,4	1,4	1,3	1,1
Сходимость ($2{,}83 \cdot S_r$)	0,08	0,14	0,20	0,57
Стандартное отклонение воспроизводимости (S_R)	0,04	0,11	0,17	0,54
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	4,9	3,2	3,1	2,9
Воспроизводимость ($2{,}83 \cdot S_R$)	0,11	0,31	0,48	1,53

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ВНПО «Комбикорм»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.01.91 № 65**
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6490-2—83 и полностью ему соответствует

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 13496.0—80	2; 6.1

4. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2004 г.**

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 31.01.2005. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.
Тираж 44 экз. С 190. Зак. 12.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru