
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32343—
2013
(ISO 6869:2000)

КОРМА, КОМБИКОРМА

**Определение содержания кальция, меди, железа,
магния, марганца, калия, натрия и цинка методом
атомно-абсорбционной спектроскопии**

(ISO 6869:2000, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

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 (Росстандарт)

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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 6869:2000 Animal feeding stuffs — Determination of the contents of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc — Method using atomic absorption spectrometry (Корма для животных. Определение содержания кальция, меди, железа, магния, марганца, калия, натрия и цинка. Метод с применением атомно-абсорбционной спектроскопии).

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).

Уточняющие отдельные слова, фразы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001, с отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечания, подразделы и приложение выделены курсивом.

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.

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 и метрологии.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в приложении ДА.

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2014 г. № 271-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32343—2013 (ISO 6869:2000) 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

III

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Реактивы	2
5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы	4
6 Отбор проб	5
7 Подготовка проб для испытания	5
8 Проведение испытания	5
9 Обработка результатов	7
10 Прецизионность	7
11 Протокол испытаний	8
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний	9
Приложение ДА (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта	14
Библиография	16

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение содержания кальция, меди, железа, магния, марганца,
калия, натрия и цинка методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Feeds, compound feeds.

Determination of the contents of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium,
sodium and zinc by atomic absorption spectrometry method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикормовую продукцию, комбикормовое сырье и устанавливает метод определения содержания кальция, меди, железа, магния, марганца, калия, натрия и цинка с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии.

Нижний предел определения элементов составляет для:

- | | |
|----------------------------------|------------|
| - калия и натрия | 500 мг/кг; |
| - кальция и магния | 50 мг/кг; |
| - меди, железа, цинка и марганца | 5 мг/кг. |

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 4568—95 Калий хлористый. Технические условия

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

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения¹

¹ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «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 измерений¹

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб²

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

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 требования³

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

ГОСТ 31218—2003 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб⁴

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 растворении анализируемой пробы в соляной кислоте, при необходимости с озолением в муфельной печи при температуре $(550 \pm 15)^\circ\text{C}$, удалении присутствующих соединений кремния осаждением и фильтрацией и последующем проведении атомизации полученного раствора в пламени ацетилен—воздух.

Абсорбция каждого элемента в анализируемом растворе измеряется в сравнении с абсорбцией этого же элемента в градуировочном растворе.

4 Реактивы

4.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118 молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 12$ моль/дм³, плотностью $\rho_{20} = 1,19$ г/см³.

4.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³

50 см³ концентрированной соляной кислоты осторожно смешивают в химическом стакане емкостью 200 см³ с 50 см³ дистиллированной воды. Смесь переносят в емкость из полиэтилена (см. 5.14). Срок хранения при комнатной температуре не ограничен.

¹ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

² На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 6497—2011 «Корма для животных. Отбор проб».

³ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

⁴ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб».

4.4 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,6$ моль/дм³

5 см³ концентрированной соляной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ (см. 5.10) и доводят дистиллированной водой объем до метки. Раствор переносят в емкость из полиэтилена (см. 5.14). Срок хранения при комнатной температуре не ограничен.

4.5 Лантан азотнокислый 6-водный ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) с массовой долей не менее 99,9 %.

4.6 Раствор лантана азотнокислого

133 г лантана азотнокислого (см. 4.5) растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в воде (см. 4.1) и доводят объем раствора до метки. Массовая концентрация лантана в приготовленном растворе составляет 43 мг/см³.

Допускается использовать другие соли лантана, при условии, что массовая концентрация лантана в готовом растворе не изменится.

4.7 Хлорид цезия (CsCl).

4.8 Раствор хлорида цезия

100 г хлорида цезия (см. 4.7) растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в воде (см. 4.1) и доводят объем раствора до метки. Массовая концентрация цезия в приготовленном растворе составляет 79 мг/см³.

Срок хранения раствора в емкости из полиэтилена (см. 5.14) при комнатной температуре — 1 год.

Допускается использовать другие соли цезия, при условии, что массовая концентрация цезия в готовом растворе не изменится.

4.9 Медь (II) сернокислая 5-водная ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 4165.

4.10 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 4208.

4.11 Марганец сернокислый моногидрат ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) с массовой долей не менее 98,0 %.

4.12 Цинк сернокислый 7-водный ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 4174.

4.13 Калий хлористый (KCl) по ГОСТ 4568.

4.14 Магний сернокислый 7-водный ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 4523.

4.15 Натрий хлористый (NaCl) по ГОСТ 4233.

4.16 Кальций углекислый (CaCO_3) по ГОСТ 4530.

4.17 Основной раствор меди, железа, марганца и цинка

Смешивают 100 см³ воды (см. 4.1) и 125 см³ концентрированной соляной кислоты (см. 4.2) в мерной колбе вместимостью 1 дм³. Добавляют 392,9 мг меди (II) сернокислой (см. 4.9), 702,2 мг соли Мора (см. 4.10), 307,7 мг марганца сернокислого (см. 4.11), 439,8 мг цинка сернокислого (см. 4.12). После их растворения доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Массовая концентрация каждого элемента (меди, железа, марганца и цинка) в приготовленном растворе — 100 мкг/см³.

Срок хранения основного раствора в емкости из полиэтилена (см. 5.14) при комнатной температуре — 3 мес.

Примечание — Допускается использовать готовые растворы.

4.18 Рабочий раствор меди, железа, марганца и цинка

20 см³ основного раствора (см. 4.17) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки водой (см. 4.1).

Массовая концентрация каждого элемента (меди, железа, марганца и цинка) в приготовленном рабочем растворе — 20 мкг/см³.

Рабочий раствор используют в день проведения испытания.

4.19 Основной раствор кальция, калия, магния и натрия

1,907 г калия хлористого (см. 4.13), 2,028 г магния сернокислого (см. 4.14), 2,542 г натрия хлористого (см. 4.15) переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³.

Помещают в стакан (см. 5.3) 50 см³ раствора соляной кислоты (см. 4.3) и осторожно добавляют 2,497 г кальция углекислого (см. 4.16). Следует избегать образования углекислого газа. Кипятят 5 мин на электрической плитке (см. 5.4). Охлаждают и количественно переносят раствор в мерную колбу, содержащую взвешенные соли калия, магния и натрия. Растворяют соли и доводят объем до метки раствором соляной кислоты (см. 4.4).

Массовые концентрации кальция, калия и натрия в приготовленном растворе — по 1 мг/см³, магния — 200 мкг/см³.

Срок хранения основного раствора в емкости из полиэтилена (см. 5.14) при комнатной температуре — 3 мес.

Примечание — Допускается использовать готовые растворы.

4.20 Рабочий раствор кальция, калия, магния и натрия

25 см³ основного раствора (см. 4.19) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем до метки раствором соляной кислоты (см. 4.4).

Массовые концентрации кальция, калия и натрия в приготовленном рабочем растворе — по 100 мкг/см³, магния — 20 мкг/см³.

Рабочий раствор используют в день проведения испытания.

4.21 Холостой раствор лантана и цезия

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают по 5 см³ раствора лантана сернокислого (см. 4.6), раствора хлорида цезия (см. 4.8), раствора соляной кислоты (см. 4.3) и доводят объем раствора до метки водой (см. 4.1).

Примечание — Используют реактивы только признанной аналитической чистоты, аналогичной указанной, или более высокой квалификации, изготовленные по другой нормативной или технической документации, в том числе импортные.

5 Лабораторные оборудование, посуда и материалы

5.1 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,0001$ г.

5.2 Тигли из кварца по ГОСТ 19908 или фарфора по ГОСТ 9147, или платины, свободные от натрия и калия, с гладкой внутренней поверхностью, с верхним внутренним диаметром от 4 до 6 см, с нижним внутренним диаметром от 2 до 2,5 см, высотой около 5 см.

Перед использованием тигли кипятят в растворе соляной кислоты (см. 4.3).

5.3 Стаканы В(Н) — 1(2) — 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Перед использованием стаканы кипятят в растворе соляной кислоты (см. 4.3) и промывают водой (см. 4.1).

5.4 Электроплита по ГОСТ 14919.

5.5 Баня водяная.

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

5.7 Атомно-абсорбционный спектрометр, позволяющий проводить измерения при длинах волн, указанных в 8.7.1 и 8.8.1, с использованием воздушно-ацетиленового пламени.

5.8 Лампы газоразрядные с полым катодом или безэлектродные для определения кальция, меди, железа, калия, магния, марганца, натрия, цинка.

5.9 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

5.10 Колбы мерные 1(2) — 50(100, 250, 1000) — 2 по ГОСТ 1770.

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

5.13 Цилиндры 1(1, 2, 2а, 3, 4)—25(50) по ГОСТ 1770.

5.14 Емкости из полиэтилена вместимостью 250 см³ с плотно закрывающимися крышками.

5.15 Шпатель.

5.16 Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

5.17 Газовая горелка.

Примечания

1 Перед употреблением все средства измерения объема, в том числе пипетки, используемые для приготовления градуировочных растворов, промывают раствором соляной кислоты (см. 4.4).

2 Тигли и средства измерения объема, используемые регулярно, допускается не кипятить каждый раз перед использованием в растворе соляной кислоты.

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

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. Пробу хранят в условиях, предотвращающих ее порчу или изменение состава.

7 Подготовка проб для испытания

Подготовка проб для испытания — по ГОСТ 31218.

8 Проведение испытания

8.1 Определение наличия органических веществ

Шпатель (см. 5.15) с небольшим количеством анализируемой пробы нагревают в пламени горелки (см. 5.17).

Если анализируемая проба плавится и не образуется дыма, то органических веществ в пробе нет или их мало. Если анализируемая проба изменяется в цвете и не происходит плавления, то проба содержит органические вещества.

8.2 Подготовка анализируемой пробы

В тигель (см. 5.2) взвешивают на весах (см. 5.1), в зависимости от ожидаемого содержания элементов, от 1 до 5 г пробы, подготовленной по разделу 7.

Если анализируемая проба содержит органические вещества (см. 8.1), то действуют в соответствии с 8.3.

Если анализируемая проба не содержит органических веществ (см. 8.1) или их мало, то действуют в соответствии с 8.4.

8.3 Сухое озоление

Тигель с анализируемой пробой (см. 8.2) нагревают на электроплите (см. 5.4) или газовой горелке (см. 5.17), пока проба полностью не обуглится, не допуская ее воспламенения и выброса.

Переносят тигель в муфельную печь (см. 5.6), которая должна быть предварительно прогрета при температуре 550 °С в течение 15 мин. Пробу озолят в течение 3 ч при этой температуре.

Тигель вынимают из печи и дают остыть, затем смачивают содержимое тигля 2 см³ воды (см. 4.1). Если наблюдается присутствие частиц углерода, выпаривают содержимое тигля на кипящей водяной бане (см. 5.5). Озолят еще 2 ч в муфельной печи, установленной на 550 °С. Дают остыть и добавляют 2 см³ воды.

8.4 Мокрое озоление

В тигель с анализируемой пробой, при перемешивании круговыми движениями, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (см. 4.3), сначала по каплям до прекращения шипения (возможно образование углекислого газа), затем быстрее. Перемешивая круговыми движениями при нагревании на электроплите (см. 5.4) или газовой горелке (см. 5.17), содержимое тигля упаривают до влажного состояния. Во время высушивания следует не допускать разбрызгивания раствора во избежание потери.

8.5 Подготовка анализируемого раствора

Золу, полученную по 8.3 или 8.4, растворяют при нагревании в 5 см³ раствора соляной кислоты (см. 4.3) и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, омывая тигель порциями воды (см. 4.1) по 5 см³. Оставляют остывать, затем доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Дают частицам осесть в течение 4 ч и, если раствор мутный, фильтруют через фильтровальную бумагу (см. 5.9).

8.6 Подготовка холостого раствора

При подготовке каждой серии измерений готовят холостой раствор в соответствии с 8.3 или 8.4 и 8.5 без анализируемой пробы.

8.7 Определение содержания меди, железа, марганца и цинка

8.7.1 Условия проведения измерений

Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра (см. 5.7) к проведению измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации. Настраивают прибор на измерение в пламени ацетилен—воздух. Устанавливают следующие длины волн, нм, для определения:

меди — 324,8;
 железа — 248,3;
 марганца — 279,5;
 цинка — 213,8.

8.7.2 Построение градуировочного графика

Подготавливают ряд градуировочных растворов путем разбавления рабочего раствора (см. 4.18) раствором соляной кислоты (см. 4.4). Выбирают такие разведения, чтобы получить соответствующие градуировочные растворы.

Измеряют абсорбцию раствора соляной кислоты. Измеряют абсорбцию градуировочных растворов и вычитают измеренную абсорбцию раствора соляной кислоты. Строят градуировочный график, откладывая вычисленные абсорбции относительно соответствующего содержания меди, железа, марганца и цинка в градуировочных растворах.

8.7.3 Измерение и вычисление абсорбции анализируемого раствора

Параллельно измерению градуировочных растворов при тех же условиях измеряют абсорбцию анализируемого раствора (см. 8.5) и холостого раствора (см. 8.6). Из измеренной абсорбции анализируемого раствора вычитают измеренную абсорбцию холостого раствора.

При необходимости разбавляют анализируемый и холостой растворы раствором соляной кислоты (см. 4.4), чтобы получить абсорбцию в линейной части градуировочного графика.

Обработка результатов — в соответствии с разделом 9.

8.8 Определение содержания кальция, магния, калия и натрия

8.8.1 Условия проведения измерений

Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра (см. 5.7) к проведению измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации. Настраивают прибор на измерение в пламени ацетилен—воздух. Устанавливают следующие длины волн, нм, для определения:

кальция — 422,6;
 калия — 766,5;
 магния — 285,2;
 натрия — 589,6.

8.8.2 Построение градуировочного графика

Подготавливают ряд градуировочных растворов путем разбавления рабочего раствора (см. 4.20) водой (см. 4.1). Выбирают такие разведения, чтобы получить соответствующие градуировочные растворы. Добавляют в каждые 100 см³ разведенного рабочего раствора по 5 см³ раствора лантана азотнокислого (см. 4.6), раствора хлорида цезия (см. 4.8) и раствора соляной кислоты (см. 4.3).

Измеряют абсорбцию холостого раствора лантана и цезия (см. 4.21) и абсорбцию градуировочных растворов.

Из измеренной абсорбции калибровочных растворов вычитают измеренную абсорбцию холостого раствора лантана и цезия (см. 4.21).

Строят градуировочный график, откладывая вычисленные абсорбции относительно соответствующего содержания в градуировочных растворах кальция, магния, калия и натрия.

8.8.3 Измерение и вычисление абсорбции анализируемого раствора

Разводят анализируемый раствор (см. 8.5) и холостой раствор (см. 8.6) водой (см. 4.1). Добавляют в 100 см³ разведенных анализируемого и холостого растворов по 5 см³ раствора лантана азотнокислого (см. 4.6), раствора хлорида цезия (см. 4.8) и раствора соляной кислоты (см. 4.3).

Измеряют параллельно измерению абсорбции градуировочных растворов, при одинаковых условиях, абсорбцию разбавленных анализируемого и холостого растворов. Из измеренной абсорбции разбавленного анализируемого раствора вычитают измеренную абсорбцию разбавленного холостого раствора.

При необходимости разбавляют анализируемый и холостой растворы холостым раствором лантана и цезия (см. 4.21), чтобы получить адсорбцию в линейной части градуировочного графика.

9 Обработка результатов

Вычисляют содержание каждого элемента: кальция, меди, железа, магния, марганца, калия, натрия и цинка, используя градуировочный график (см. 8.7.2 или 8.8.2), учитывая массу анализируемой пробы и объемы, взятые для разведения.

Полученные результаты округляют в соответствии с таблицей 1 и выражают в миллиграммах на килограмм или граммах на килограмм.

Таблица 1 — Округление вычисленного содержания элемента

Вычисленное содержание элемента	Округление
От 5 мг/кг до 10 мг/кг включ.	0,1 мг/кг
свыше 10 мг/кг « 100 мг/кг «	1,0 мг/кг
« 100 мг/кг « 1 г/кг «	10,0 мг/кг
« 1 г/кг « 10 г/кг «	100,0 мг/кг
« 10 г/кг « 100 г/кг	1,0 г/кг

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

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

10.2 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 , мг/кг, приведенный в таблицах 2, 3, более чем в 5 % случаев.

10.3 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 , мг/кг, приведенный в таблицах 2, 3, более чем в 5 % случаев.

Таблица 2 — Пределы повторяемости и воспроизводимости для премиксов

В миллиграммах на 1 кг

Наименование элемента	Содержание элемента		Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
	от	до		
Кальций	3000	300000	$0,07 \times \bar{x}$	$0,20 \times \bar{x}$
Медь	200	20000	$0,07 \times \bar{x}$	$0,13 \times \bar{x}$
Железо	500	30000	$0,06 \times \bar{x}$	$0,21 \times \bar{x}$
Калий	2500	30000	$0,09 \times \bar{x}$	$0,26 \times \bar{x}$
Магний	1000	100000	$0,06 \times \bar{x}$	$0,14 \times \bar{x}$
Марганец	150	15000	$0,08 \times \bar{x}$	$0,28 \times \bar{x}$
Натрий	2000	250000	$0,09 \times \bar{x}$	$0,26 \times \bar{x}$
Цинк	3500	15000	$0,08 \times \bar{x}$	$0,20 \times \bar{x}$
Примечание — $\bar{x}$ — среднее арифметическое значение двух результатов испытания, мг/кг.				

Таблица 3 — Пределы повторяемости и воспроизводимости для кормов

В миллиграммах на 1 кг

Наименование элемента	Содержание элемента		Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
	от	до		
Кальций	5000	50000	$0,07 \times \bar{w}$	$0,28 \times \bar{w}$
Медь	10	100	$0,27 \times \bar{w}$	$0,57 \times \bar{w}$
	100	200	$0,09 \times \bar{w}$	$0,16 \times \bar{w}$
Железо	50	1500	$0,08 \times \bar{w}$	$0,32 \times \bar{w}$
Калий	5000	30000	$0,09 \times \bar{w}$	$0,28 \times \bar{w}$
Магний	1000	10000	$0,06 \times \bar{w}$	$0,16 \times \bar{w}$
Марганец	15	500	$0,06 \times \bar{w}$	$0,40 \times \bar{w}$
Натрий	1000	6000	$0,15 \times \bar{w}$	$0,23 \times \bar{w}$
Цинк	25	500	$0,11 \times \bar{w}$	$0,19 \times \bar{w}$
Примечание — $\bar{w}$ — среднее арифметическое значение двух результатов испытания, мг/кг.				

Примечание — В таблицах 2 и 3 пределы повторяемости и воспроизводимости приведены в виде формулы для каждого элемента и для указанного диапазона. Коэффициент в этой формуле является средним для исследованных проб в указанном диапазоне. В отдельных случаях более высокие значения были получены для определения конкретного элемента в конкретных пробах. Эти пробы не были приняты во внимание. Скорее всего, причиной этих отклонений является отсутствие однородности анализируемых проб (см. приложение А).

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний необходимо указать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный 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 среднее арифметическое значение двух испытаний, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

С 1983 года прецизионность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний, выполненных на комбикормах и премиксах в соответствии с ГОСТ ИСО 5725—1, ГОСТ ИСО 5725—2. Статистические результаты первой серии испытаний были опубликованы в работе [1]. Как следует из результатов этих испытаний, метод был модифицирован. Прецизионность модифицированного метода была установлена в ходе двух тестов межлабораторных испытаний.

В первом тесте (в период 1986—1987 гг.) приняли участие 26 лабораторий из 7 стран. Были исследованы пробы: премикс, два комбикорма, ячмень, подсушенный силос, сухое молоко и фекалии свиней. В связи с неудовлетворительными результатами для премиксов, было решено изменить метод для премиксов. Прецизионность измененного метода для премиксов была установлена в ходе дополнительных межлабораторных испытаний.

Во втором тесте (в период 1987—1988 гг.) участвовали 13 лабораторий. Были исследованы восемь проб премиксов (пять из которых содержали органические вещества).

Статистические результаты двух тестов межлабораторных испытаний приведены в таблицах А.1—А.8.

Таблица А.1 — Статистические результаты определения содержания кальция

Обозначение пробы*	Значение параметра**									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{x}$, мг/кг	s_x , мг/кг	CV_x , %	t , мг/кг	S_R , мг/кг	CV_R , %	R , мг/кг
P1	12	0	24	51000	1413	2,9	4000	5654	10,9	16000
P2	12	2	22	292000	6007	2,1	17000	16254	5,7	46000
P3	12	2	22	136000	2120	1,6	6000	12367	9,0	35000
PO1	12	0	24	156000	2120	1,3	6000	10247	6,5	29000
PO2	12	2	22	11900	389	3,2	1100	636	5,5	1800
PO3	12	2	22	3000	106	3,8	300	247	8,6	700
PO4	12	0	24	7900	177	2,1	500	530	6,9	1500
PO5	12	0	24	5700	141	2,4	400	318	5,9	900
B	21	8	34	592	62	10,4	175	179	30,3	507
WS	21	8	34	4860	130	2,7	369	604	12,4	1710
MFH	21	10	32	7650	195	2,6	552	753	9,8	2130
MP	21	6	36	13300	417	3,1	1180	1484	11,1	4200
PF	21	2	40	33200	565	1,7	1600	6855	20,6	19400
MFL	21	9	33	47400	1106	2,3	3130	3424	7,2	9690

Примечания

* P1, P2, P3 — премиксы;

PO1, PO2, PO3, PO4, PO5 — премиксы, содержащие органические вещества;

B — ячмень;

WS — подсушенный силос;

MFH — комбикорм Н;

MP — сухое молоко;

PF — фекалии свиней;

MFL — комбикорм L;

** n_1 — количество лабораторий после удаления выбросов;

n_2 — количество выбросов;

n_3 — количество принятых результатов;

$\bar{x}$ — средневзвешенное значение содержания кальция в пробе;

s_r — стандартное отклонение повторяемости;
 CVR — коэффициент вариации повторяемости;
 r — предел повторяемости ($r = 2,8 \cdot s_r$);
 S_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
 CVR — коэффициент вариации воспроизводимости;
 R — предел воспроизводимости ($R = 2,8 \cdot S_R$).

Таблица А.2 — Статистические результаты определения содержания меди

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{w}$, мг/кг	s_r , мг/кг	CVR , %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR , %	R , мг/кг
P1	13	0	26	900	25	2,7	70	64	7,0	180
P2	13	0	26	1000	28	2,8	80	67	6,8	190
P3	13	0	26	17400	212	1,2	600	495	2,9	1400
PO1	13	0	26	4540	78	1,7	220	152	3,3	430
PO2	13	0	26	217	6,4	2,9	18	10	4,7	29
PO3	13	2	24	1050	57	5,4	160	141	13,5	400
PO4	13	0	0	6660	251	3,8	710	293	4,4	830
PO5	13	0	26	39100	495	1,2	1400	1555	3,1	4400
B	22	6	38	6	0,4	8,4	1	1,4	21,3	4
WS	22	4	40	14	1,1	7,0	3	2,1	15,9	6
MFH	22	4	40	15	2,1	14,5	6	3,5	23,8	10
MP	22	4	40	2	0,4	19,4	1	1,4	61,7	4
PF	22	10	34	224	4,9	2,2	14	11	5,0	32
MFL	22	4	40	118	5,3	4,6	15	7,4	6,3	21
Примечания										
1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1.										
2 $\bar{w}$ — среднеарифметическое значение содержания меди в пробе.										

Таблица А.3 — Статистические результаты определения содержания железа

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{w}$, мг/кг	s_r , мг/кг	CVR , %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR , %	R , мг/кг
P1	12	2	22	7500	141	1,9	400	565	7,3	1600
P2	12	2	22	22600	565	2,5	1600	1555	6,9	4400
P3	12	0	24	31000	707	2,4	2000	2473	8,5	7000
PO1	12	0	24	4000	106	3,0	300	318	8,3	900
PO2	12	0	24	500	18	3,7	50	28	6,0	80
PO3	12	0	24	9600	212	2,2	600	636	6,7	1800
PO4	12	4	20	18600	177	0,9	500	1166	6,2	3300
PO5	12	0	24	19000	353	2,6	1000	2120	11,1	6000
B	21	4	28	79	2,8	3,7	8	11	13,9	31
WS	21	8	34	599	10	1,7	29	70	11,6	197

Окончание таблицы А.3

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{w}$, мг/кг	s_r , мг/кг	CVR, %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
MFH	21	2	40	362	59	16,2	166	85	23,5	241
MP	21	4	38	8	2,5	30,5	7	5,7	68,5	16
PF	21	4	38	3430	86	2,5	244	491	14,4	1390
MFL	21	6	36	1290	40	3,1	113	111	8,6	315
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{w}$ — среднеарифметическое значение содержания железа в пробе.										

Таблица А.4 — Статистические результаты определения содержания магния

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{w}$, мг/кг	s_r , мг/кг	CVR, %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
P1	12	0	24	111000	2120	1,9	6000	5654	5,2	16000
P2	12	2	22	18000	106	0,5	300	742	4,2	2100
P3	12	0	24	2050	53	2,5	150	152	7,4	430
PO1	12	2	22	5770	113	2,0	320	145	2,5	410
PO2	12	2	22	1640	28	1,7	80	49	3,2	140
PO3	12	0	24	1000	32	3,2	90	67	6,6	190
PO4	12	0	24	1670	42	2,5	120	110	6,6	310
PO5	12	2	22	1650	28	1,6	80	71	4,2	200
B	21	10	34	1200	34	2,8	95	58	4,8	163
WS	21	8	36	2260	80	3,5	226	128	5,7	363
MFH	21	8	36	1640	45	2,7	126	120	7,3	340
MP	21	4	40	1250	94	7,5	265	147	11,8	417
PF	21	8	36	9980	128	1,3	362	576	5,8	1630
MFL	21	10	34	3040	27	0,9	76	143	4,7	405
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{w}$ — среднеарифметическое значение содержания магния в пробе.										

Таблица А.5 — Статистические результаты определения содержания марганца

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{w}$, мг/кг	s_r , мг/кг	CVR, %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
P1	13	0	26	2600	71	3,3	200	318	12,0	900
P2	13	0	26	4800	106	2,6	300	742	15,6	2100
P3	13	0	26	10100	247	2,4	700	883	8,8	2500
PO1	13	0	26	1700	71	4,2	200	212	12,6	600
PO2	13	0	24	159	5	3,1	14	18	11,2	50
PO3	13	2	24	13200	353	2,8	1000	989	7,5	2800

11

Окончание таблицы А.5

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{x}$, мг/кг	s_x , мг/кг	CVR, %	c , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
PO4	13	4	22	4870	78	1,6	220	166	3,4	470
PO5	13	0	26	5600	141	2,3	400	530	9,5	1500
B	22	6	38	16	0,4	2,4	1	3,2	19,8	9
WS	22	4	40	174	2,5	1,4	7	14	8,2	41
MFH	22	4	40	65	2,1	3,1	6	11	17,1	32
MP	22	8	36	1	0,4	26,6	1	0,7	52,0	2
PF	22	2	42	417	8,1	2,0	23	66	15,8	187
MFL	22	4	40	361	3,5	1,0	10	35	9,8	100
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение содержания марганца в пробе.										

Таблица А.6 — Статистические результаты определения содержания калия

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{x}$, мг/кг	s_x , мг/кг	CVR, %	c , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
P1	11	0	22	700	71	8,3	200	212	33,9	600
P2	11	0	22	570	120	21,4	340	212	37,5	600
P3	11	0	22	1000	71	7,7	200	247	25,0	700
PO1	11	2	22	3700	141	3,7	400	459	12,8	1300
PO2	11	0	22	10000	247	2,4	700	989	9,9	2800
PO3	11	0	22	2400	71	3,4	200	247	9,9	700
PO4	11	2	20	14900	495	3,3	1400	777	5,2	2200
PO5	11	0	22	3900	141	3,7	400	318	8,1	900
B	17	2	32	4850	118	2,4	334	746	15,4	2110
WS	17	4	30	30100	551	1,8	1560	2237	7,4	6330
MFH	17	2	32	6330	160	2,5	454	898	14,2	2540
MP	17	2	32	17100	583	3,4	1650	1336	7,8	3780
PF	17	2	32	11200	505	4,5	1430	936	8,3	2650
MFL	17	6	28	17800	746	4,2	2110	1155	6,5	3270
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение содержания калия в пробе.										

Таблица А.7 — Статистические результаты определения содержания натрия

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{x}$, мг/кг	s_x , мг/кг	CVR, %	c , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR, %	R , мг/кг
P1	11	0	22	237000	636	2,7	1800	12721	5,4	36000

Окончание таблицы А.7

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{W}$, мг/кг	s_p , мг/кг	CVr , %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR , %	R , мг/кг
P2	11	2	20	5900	212	3,3	600	777	13,5	2200
P3	11	0	22	155000	3536	2,3	10000	9187	5,9	26000
PO1	11	0	22	33900	1025	3,0	2900	2155	6,4	6100
PO2	11	0	22	1840	78	4,3	220	212	11,5	600
PO3	11	2	20	680	120	17,6	340	120	17,9	340
PO4	11	0	22	660	110	16,7	310	141	21,3	400
PO5	11	0	22	580	134	23,0	380	155	26,8	440
B	15	8	22	117	10	8,7	29	20	17,3	57
WS	16	6	26	3830	187	4,9	529	158	6,7	729
MFH	15	4	26	1240	84	6,9	238	170	13,7	480
MP	16	6	26	4210	142	3,4	402	246	5,8	696
PF	16	2	30	1890	119	6,3	336	309	16,4	875
MFL	16	2	30	5650	375	6,6	1060	406	7,2	1150
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{W}$ — среднеарифметическое значение содержания натрия в пробе.										

Таблица А.8 — Статистические результаты определения содержания цинка

Обозначение пробы	Значение параметра									
	n_1	n_2	n_3	$\bar{W}$, мг/кг	s_p , мг/кг	CVr , %	r , мг/кг	S_R , мг/кг	CVR , %	R , мг/кг
P1	13	2	24	5200	177	3,1	500	353	7,1	1000
P2	13	2	24	8700	141	1,7	400	671	7,8	1900
P3	13	4	22	14600	318	2,3	900	459	3,2	1300
PO1	13	0	26	3500	141	4,0	400	353	10,4	100
PO2	13	0	26	260	21	7,6	60	39	15,0	110
PO3	13	0	26	10900	318	2,9	900	1237	11,4	3500
PO4	13	02	24	10000	247	2,4	700	671	6,6	1900
PO5	13	2	24	11900	283	2,3	800	565	4,9	1600
B	22	8	36	29	1,1	3,4	3	2,8	9,4	8
WS	22	12	32	44	1,1	2,1	3	1,8	4,3	5
MFH	22	6	38	47	3,2	6,5	9	3,9	8,3	11
MP	22	8	36	46	2,1	4,5	6	3,2	7,0	9
PF	22	8	36	569	11	2,0	32	33	5,8	94
MFL	22	6	38	106	3,5	3,4	10	7,1	6,7	20
Примечания 1 Наименования проб и параметров приведены в таблице А.1. 2 $\bar{W}$ — среднеарифметическое значение содержания цинка в пробе.										

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта		Структура межгосударственного стандарта	
подраздел	пункт	подраздел	пункт
<i>Раздел 4</i>		<i>Раздел 4</i>	
—	—	4.5	—
4.5	—	4.6	—
—	—	4.7	—
4.6	—	4.8	—
—	—	4.9	—
—	—	4.10	—
—	—	4.11	—
—	—	4.12	—
—	—	4.13	—
—	—	4.14	—
—	—	4.15	—
—	—	4.16	—
4.7	—	4.17	—
4.8	—	4.18	—
4.9	—	4.19	—
4.10	—	4.20	—
4.11	—	4.21	—
<i>Раздел 5</i>		<i>Раздел 5</i>	
—	—	5.10	—
—	—	5.11	—
—	—	5.12	—
—	—	5.13	—
—	—	5.14	—
—	—	5.15	—
—	—	5.16	—
<i>Раздел 8</i>		<i>Раздел 8</i>	
—	—	8.5	—
8.5	—	8.6	—

Окончание таблицы ДА.1

Структура международного стандарта		Структура межгосударственного стандарта	
подраздел	пункт	подраздел	пункт
8.6	—	8.7	—
—	8.6.1	—	8.7.1
—	8.6.2	—	8.7.2
—	8.6.3	—	8.7.3
8.7	8.7.1	8.8	8.8.1
—	8.7.2	—	8.8.2
—	8.7.3	—	8.8.3
Приложение А		Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний	
—		Приложение ДА (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта	
Примечания			
1 Раздел 4 межгосударственного стандарта «Реактивы и материалы» в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001 дополнен подразделами 4.12—4.21 с целью учета всех реактивов, необходимых для испытания.			
2 Раздел 5 «Средства измерений и оборудование» в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001 дополнен подразделами 5.10—5.17 с целью перечисления всех средств измерения и оборудования, необходимых для проведения испытания.			
3 Раздел 8 «Проведение испытания» настоящего стандарта дополнен подразделом 8.5 для более правильного понимания текста, т.к. процедура, описанная в подразделе 8.5, относится не только к подразделу 8.4, но и к 8.3.			
4 Настоящий стандарт дополнен справочным приложением ДА в соответствии с требованиями к межгосударственному стандарту, модифицированному с международным стандартом ИСО.			

Библиография

[1] Ruig W.G. de J. Assoc. Off. Anal. Chem., 69, 1986, pp. 1009—1013

УДК 636.085.3:006.354

МКС 65.120

C19

MOD

Ключевые слова: корма, комбикорма, премиксы, метод, сухое озоление, мокрое озоление, кальций, медь, железо, магний, марганец, калий, натрий, цинк, атомно-абсорбционная спектрометрия, абсорбция, стандартные растворы, калибровочные растворы, холостые растворы

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 21.08.2014. Подписано в печать 25.09.2014. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,85. Тираж 38 экз. Зак. 3772.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru