

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

КОМБИКОРМА

Часть 8

КОРМА ЖИВОТНОГО И РАСТИТЕЛЬНОГО  
ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Методы анализа

Издание официальное

Москва  
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
2002

#### ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Комбикорма. Часть 8. Корма животного и растительного происхождения. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 апреля 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанной даты.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты»

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**КОРМА, КОМБИКОРМА,  
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

**Спектрометрический метод определения  
массовой доли фосфора**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № М98 42 002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 575-ст

3 Настоящий стандарт за исключением 2, 5.2, 5.4, 6 представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 6491—98 «Корма для животных. Определение содержания фосфора. Спектрометрический метод»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

**КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

**Спектрометрический метод определения массовой доли фосфора**

Feeds, mixed feeds and raw material.  
Spectrometric method for determination of mass fraction of phosphorus

Дата введения 2001—01—01

**1 Область распространения**

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов, комбикормовое сырье и устанавливает спектрометрический метод определения массовой доли фосфора.

Метод применим к кормам с содержанием фосфора менее 50 г/кг. Он особенно подходит для анализа продуктов с относительно низким содержанием фосфора. Для продуктов с более высоким содержанием фосфора следует применять гравиметрический метод, используя хинолин фосфомолибдат.

**2 Нормативные ссылки**

ГОСТ 13496.0—80\* Комбикорма, сырье. Методы отбора проб  
ГОСТ Р 51419—99 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб  
ИСО 3696—87\*\* Вода для проведения лабораторных анализов.

**3 Сущность метода**

Навеску испытуемой пробы озоляют в присутствии извести и экстрагируют кислотой при нагревании (для кормовых средств, представляющих органическое вещество) или озоляют мокрым способом смесью серной и азотной кислот (для минерального сырья и жидких кормов). Аликвотную часть кислого раствора смешивают с молибдованадатным реактивом и измеряют поглощение порученного окрашенного в желтый цвет раствора при длине волны 430 нм.

**4 Реактивы**

Используют реактивы квалификации х.ч. и ч.д. а.

4.1 Вода по ИСО 3696.

4.2 Кальций углекислый.

4.3 Кислота хлористоводородная, молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 6$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.4 Кислота азотная молярной концентрации  $c(\text{HNO}_3) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.5 Кислота азотная молярной концентрации  $c(\text{HNO}_3) = 14$  моль/дм<sup>3</sup>,  $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40$  г/см<sup>3</sup>.

4.6 Кислота серная молярной концентрации  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18$  моль/дм<sup>3</sup>,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$  г/см<sup>3</sup>.

4.7 Раствор гептамолибдата аммония.

\* Действует до введения ГОСТ Р, разработанного на основе ИСО 6497 [1].

\*\* Действует до введения ГОСТ Р, разработанного на основе ИСО.

В горячей воде растворяют 100,0 г 4-водного гептамолибдата аммония  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ . Добавляют 10 см<sup>3</sup> аммиака молярной концентрации  $[c(\text{NH}_4\text{OH}) = 14 \text{ моль/дм}^3, \rho(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,91 \text{ г/см}^3]$  и разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

4.8 Раствор монованадата аммония.

В 400 см<sup>3</sup> горячей воды растворяют 2,35 г монованадата аммония ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ). При постоянном помешивании медленно добавляют 7 см<sup>3</sup> азотной кислоты и разбавляют до 1000 см<sup>3</sup> водой.

4.9 Молибдованадатный реактив.

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 200 см<sup>3</sup> раствора гептамолибдата аммония, 200 см<sup>3</sup> раствора монованадата аммония и 135 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Объем раствора доводят до метки водой. Если раствор мутный, его фильтруют.

4.10 Раствор сравнения (нулевой раствор).

10 см<sup>3</sup> молибдованадатного реактива разбавляют 10 см<sup>3</sup> воды.

4.11 Стандартный раствор фосфора массовой концентрации  $\rho(\text{P}) = 1 \text{ мг/см}^3$ .

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют в воде 4,394 г однозамещенного фосфорнокислого калия ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), предварительно высушенного при 103 °С в течение 1 ч. Объем раствора доводят до метки водой.

## 5 Средства контроля

Используют обычное лабораторное оборудование.

5.1 Тигли для озоления кварцевые или фарфоровые.

5.2 Печь электрическая муфельная, обеспечивающая поддержание температуры  $(550 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.3 Колба Кьельдаля вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

5.4 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 500 и 1000 см<sup>3</sup>, с допускаемой относительной погрешностью  $\pm 0,2 \%$ .

5.5 Спектрометр с кюветами длиной просвечиваемого слоя 10 мм и обеспечивающий измерение при длине волны 430 нм.

5.6 Пробирки стеклянные вместимостью 25—30 см<sup>3</sup> со стеклянными притертыми пробками.

5.7 Баня песчаная.

5.8 Пипетки градуированные.

## 6 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ 13496.0.

Важно, чтобы в лабораторию поступила действительно представительная проба без повреждений или изменений при транспортировании или хранении.

## 7 Подготовка испытуемых проб

Испытуемую пробу готовят по ГОСТ Р 51419.

Если анализируемый продукт представляет твердое вещество, лабораторную пробу (обычно 500 г) размалывают до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Тщательно перемешивают.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Выбор способа озоления

Если испытуемая проба содержит органические вещества и свободна от фосфатов, переходящих в нерастворимое состояние при озолении, озоление проводят по 8.2.

Если испытуемая проба представляет минеральное соединение или жидкое кормовое средство, ее озолят по 8.3.

### 8.2 Сухое озоление

На весах 2-го класса точности взвешивают навеску испытуемой пробы массой около 2,5 г и помещают в тигель для озоления. Навеску тщательно перемешивают с 1 г углекислого кальция. Озолят в муфельной печи при температуре 550 °С до получения золы белого или серого цвета (небольшое количество угля не оказывает влияния на результат). Золу переносят, используя 20—50 см<sup>3</sup> воды, в химический стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают хлористоводородную кислоту до прекращения выделения пузырьков газа, после чего добавляют еще 10 см<sup>3</sup> хлористоводородной кислоты. Стакан помещают на песчаную баню и его содержимое выпаривают досуха, чтобы перевести кремний в нерастворимое состояние. Затем стакан охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной

кислоты и кипятят на песчаной бане в течение 5 мин, не допуская при этом выпаривания содержимого досуха. Жидкость декантируют в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, стакан несколько раз ополаскивают водой. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют.

Далее поступают по 8.4.

### 8.3 Мокрое озоление

На весах 2-го класса точности взвешивают навеску испытуемого образца массой около 1 г и помещают в колбу Кьельдаля. Добавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты. Перемешивают, чтобы полностью смочить навеску кислотой и предотвратить прилипание частичек образца к стенкам колбы. Колбу нагревают до кипения и поддерживают это состояние в течение 10 мин. Затем колбу слегка охлаждают и в нее добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, осторожно нагревают и опять слегка охлаждают. Добавляют еще немного азотной кислоты и опять нагревают до кипения. Эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость в колбе станет бесцветной. После этого колбу охлаждают, добавляют немного воды и жидкость декантируют в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Колбу Кьельдаля ополаскивают горячей водой и сливают в ту же мерную колбу. Раствор охлаждают, разбавляют до метки водой, перемешивают и фильтруют.

### 8.4 Окрашивание и измерение поглощения окрашенного раствора

Аликвотную часть полученного раствора (8.2 или 8.3) разбавляют водой с таким расчетом, чтобы получить раствор с содержанием фосфора не более 40 мкг/см<sup>3</sup>. При помощи пипетки 10 см<sup>3</sup> этого раствора переносят в пробирку. При помощи другой пипетки в пробирку добавляют 10 см<sup>3</sup> молибдованата реактива. Перемешивают и оставляют на не менее чем 10 мин при 20 °С.

Часть полученного раствора переносят в измерительную кювету и измеряют поглощение окрашенного раствора на спектрометре при длине волны 430 нм относительно раствора сравнения.

### 8.5 Построение градуировочной кривой

8.5.1 Используя стандартный раствор фосфора, готовят растворы, содержащие фосфора 5, 10, 20, 30 и 40 мкг/см<sup>3</sup>, соответственно.

8.5.2 При помощи пипеток переносят 10 см<sup>3</sup> каждого из этих растворов в серию из пяти пробирок. В каждую пробирку добавляют 10 см<sup>3</sup> молибдованата реактива. Перемешивают и оставляют на не менее чем 10 мин при 20 °С. Измеряют поглощение каждого раствора по 8.4.

8.5.3 Строят градуировочный график, откладывая значения поглощения стандартных растворов фосфора против соответствующего содержания в них фосфора в мкг/см<sup>3</sup>. При содержании фосфора между 0 и 40 мкг/см<sup>3</sup> график должен быть линейным.

### 8.6 Холостое определение

Одновременно с анализом испытуемого образца проводят холодное определение, используя те же процедуры и те же количества реактивов (исключая взятие навески испытуемого образца).

## 9 Обработка результатов

Массовую долю фосфора в испытуемой пробе  $W_{\phi}$ , г/кг, вычисляют по формуле

$$W_{\phi} = \frac{50 f_1 f_2 w_{\phi c} V}{m}, \quad (1)$$

где  $f_1$  — соответствующий коэффициент разбавления аликвотной части зольного раствора;

$f_2$  — коэффициент пересчета граммов в миллиграммы ( $f_2 = 10^{-3}$  г/мг);

$w_{\phi c}$  — содержание фосфора в разбавленной аликвотной части зольного раствора, найденное по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  — объемы градуировочных растворов, взятых для окрашивания в 8.5.2, см<sup>3</sup> ( $V = 10$  см<sup>3</sup>);

$m$  — масса навески (8.2 или 8.3), г.

Результаты вычисляют с точностью 0,1 г/кг.

## 10 Точность

### 10.1 Межлабораторный опыт

Результаты межлабораторного опыта по определению точности метода обобщены в приложении А. Данные, полученные в этом межлабораторном опыте, неприменимы для других диапазонов концентрации фосфора и другой матрицы, чем приведенные в приложении А.

### 10.2 Сходимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в той же лаборатории тем же оператором

при использовании того же оборудования за короткий промежуток времени, в более чем 5 % случаев не должна превышать 1 г/кг.

### 10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами, полученными при использовании одного и того же метода на идентичной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в более чем 5 % случаев не должна превышать 7 г/кг.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- метод отбора пробы, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все процедуры, не устанавливаемые настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, и любые факторы, которые могли влиять на результаты испытания;
- полученный результат испытания или
- если контролировалась сходимость, конечный полученный результат.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

### Результаты межлабораторного опыта

Межлабораторный опыт организован ИСО/ТК 34/ПК 10 «Корма для животных» в 1987 году. В этом опыте участвовало 24 лаборатории; исследовались образцы корма из клейковины зерна, комбикорма, рыбной муки, комбикормового концентрата (два вида), премикса и дрожжей.

Т а б л и ц а А.1 — Статистические результаты межлабораторного опыта

Параметр	Рыбная мука	Корм из клейковины зерна	Дрожжи	Премикс <sup>1)</sup>	Комбикормовый концентрат	Комбикормовый концентрат	Комбикорм
Количество лабораторий, оставшихся после исключения аномальных результатов	24	24	24	24	24	24	24
Среднее значение содержания фосфора в сухом веществе, г/кг	28	5,4	9,2	80,1	27,4	22,5	11,4
Среднеквадратическое отклонение сходимости ( $S_f$ ), г/кг	0,40	0,32	0,11	1,48	0,75	0,30	0,24
Относительное среднеквадратическое отклонение сходимости, %	1,4	5,9	1,2	1,9	2,7	1,3	2,1
Значение норматива сходимости ( $r$ ) ( $r = 2,8 \cdot S_f$ ), г/кг	1,12	0,90	0,31	4,14	2,10	0,84	0,67
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости ( $S_R$ ), г/кг	2,6	3,0	1,9	14,5	4,1	2,0	1,4
Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, %	9,4	55,3	21,1	18,1	14,9	8,7	12,3
Значение норматива воспроизводимости ( $R$ ) ( $R = 2,8 \cdot S_R$ ), г/кг	7,28	8,40	5,32	40,60	11,48	5,60	3,92
<sup>1)</sup> Поскольку содержание фосфора более, чем предусмотрено методом, результаты не использовались при вычислении данных точности.							

ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
(справочное)**Библиография**

- [1] ИСО 6497 Корма для животных. Методы отбора проб

---

ОКС 65.120

С19

ОКСТУ 9709,  
9209

Ключевые слова: корма, сухое озоление, мокрое озоление, молибдованадатный реактив, спектрометрический метод, точность

---