

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
51420—
99
(ИСО 6491—98)

**КОРМА, КОМБИКОРМА,
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

**Спектрометрический метод определения
массовой доли фосфора**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

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 ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

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

4 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»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2020 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (www.gost.ru)

© ИПК Издательство стандартов, 2001
© Стандартиформ, оформление, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 применения

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

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51419 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытываемых проб¹⁾

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

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 полученного окрашенного в желтый цвет раствора при длине волны 430 нм.

¹⁾ Действует ГОСТ ISO 6498—2014 «Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний».

4 Реактивы

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

4.1 Вода по ГОСТ Р 52501.

4.2 Кальций углекислый.

4.3 Кислота хлористоводородная, молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³.

4.4 Кислота азотная молярной концентрации $c(\text{HNO}_3) = 1$ моль/дм³.

4.5 Кислота азотная молярной концентрации $c(\text{HNO}_3) = 14$ моль/дм³, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/см³.

4.6 Кислота серная молярной концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18$ моль/дм³, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ г/см³.

4.7 Раствор гептамолибдата аммония.

В горячей воде растворяют 100,0 г 4-водного гептамолибдата аммония $[(\text{NH}_4)\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$. Добавляют 10 см³ аммиака молярной концентрации $[c(\text{NH}_4\text{OH}) = 14$ моль/дм³, $\rho(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,91$ г/см³] и разбавляют водой до 1000 см³.

4.8 Раствор монованадата аммония.

В 400 см³ горячей воды растворяют 2,35 г монованадата аммония (NH_4VO_3). При постоянном помешивании медленно добавляют 7 см³ азотной кислоты и разбавляют до 1000 см³ водой.

4.9 Молибдованадатный реактив.

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ смешивают 200 см³ раствора гептамолибдата аммония, 200 см³ раствора монованадата аммония и 135 см³ азотной кислоты. Объем раствора доводят до метки водой. Если раствор мутный, его фильтруют.

4.10 Раствор сравнения (нулевой раствор).

10 см³ молибдованадатного реактива разбавляют 10 см³ воды.

4.11 Стандартный раствор фосфора массовой концентрации $\rho(\text{P}) = 1$ мг/см³.

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют в воде 4,394 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_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 ± 20) °С.

5.3 Колба Кьельдаля вместимостью 250 см³.

5.4 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 500 и 1000 см³, с допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,2$ %.

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

5.6 Пробирки стеклянные вместимостью 25—30 см³ 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.