
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32904—
2014
(ISO 6490-1:
1985)

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение содержания кальция титриметрическим методом

(ISO 6490-1:1985,
Animal feeding stuffs. Determination of calcium content.
Part 1: Titrimetric method, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по международной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» («ОАО ВНИИКП») на основе перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным комитетом по стандартизации МТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-П)

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 |
|---|------------------------------------|---|
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова—Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 октября 2014 г. № 1313-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32904—2014 (ISO 6490-1:1985) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 6490-1:1985 «Корма для животных. Определение содержания кальция. Часть 1: Титриметрический метод» («Animal feeding stuffs — Determination of calcium content — Part 1: Titrimetric method», MOD).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO/TC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001, отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечания и приложения выделены полужирным курсивом.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема: «литр» на «дециметр кубический», «миллилитр» на «сантиметр кубический», для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 пункт 4.14.1.

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, стандартизации и метрологии.

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2016 г.

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 (www.gost.ru).

КОРМА, КОМБИКОРМА
Определение содержания кальция
титриметрическим методом

Feeds, compound feeds.
Methods for Determination of calcium content titrimetric method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма и комбикорма и устанавливает титриметрический метод определения содержания кальция.

Метод применим к кормам и комбикормам с содержанием кальция более 1 г/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 3652-69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5712-78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб*

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31218-2003 (ИСО 6498-98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытываемых проб**

ГОСТ 32343-2013 Корма, комбикорма. Определение содержания кальция, меди, железа, магния, марганца, калия, натрия и цинка методом атомно-абсорбционной спектроскопии

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 озолении органических веществ анализируемой пробы, обработке полученной золы раствором соляной кислоты, осаждении кальция в форме оксалата

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51419—99 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытываемых проб».

кальция с последующим растворением осадка раствором серной кислоты с образованием щавелевой кислоты, которую титруют перманганатом калия.

4 Реактивы

- 4.1 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 30 % ($\rho_{20}=1,15 \text{ г/см}^3$).
- 4.2 Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная ($\rho_{20}=1,40 \text{ г/см}^3$).
- 4.3 Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 % ($\rho_{20}=1,13 \text{ г/см}^3$).
- 4.4 Аммиак, раствор с массовой долей примерно 33 % ($\rho_{20}=0,89 \text{ г/см}^3$).
- 4.5 Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, холодный насыщенный раствор.
- 4.6 Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 300 г/дм³.
- 4.7 Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой концентрации 50 г/дм³.
- 4.8 Бромкрезоловый зеленый, раствор массовой концентрации 0,4 г/дм³.
- 4.9 Калия перманганат, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.
- 4.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание - Допускается применение реактивов с характеристиками не хуже указанных.

5 Лабораторное оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование:

- 5.1 Печь муфельная электрическая с циркуляцией воздуха, способная поддерживать температуру на уровне $(550 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$.
 - 5.2 Кювета для сжигания, изготовленная из платины, кремния или керамики.
 - 5.3 Фильтр стеклянный, степень пористости Р 16 (размер пор от 10 до 16 мкм).
 - 5.4 Баня водяная.

 - 5.5 Стаканы В(Н) – 1(2) – 250 ТХС по ГОСТ 25336.
 - 5.6 Колбы мерные 1(2) – 250 – 2 по ГОСТ 1770.
 - 5.7 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001 \text{ г}$ по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.
 - 5.8 Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1-1(1, 5, 10, 25) по ГОСТ 29227.
 - 5.9 Колбы с широким горлом вместимостью 250 см³.
- Примечание* - Допускается применение средств измерений с аналогичными или более высокими метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с более высокими техническими характеристиками.

6 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 13496.0.

7 Проведение испытаний

7.1 Подготовка проб

Пробу для испытания готовят в соответствии с ГОСТ 31218.

7.2 Подготовка анализируемой пробы

Около 5 г анализируемой пробы взвешивают на весах (см. 5.7) с точностью до 0,001 г в кювету для сжигания (см. 5.2).

Примечание - При необходимости допускается увеличение массы анализируемой пробы.

7.3 Определение кальция

7.3.1 Пробу сжигают в электрической муфельной печи (см. 5.1), поддерживая температуру на уровне $(550 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$ до тех пор, пока не сгорят все органические вещества (обычно достаточно 4 часов). Если в золе остались органические вещества (черные частицы), добавляют несколько капель азотной кислоты (см. 4.2), высушивают на плите и сжигают снова в муфельной печи при температуре $(550 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. Процедуру повторяют до полного разрушения органических веществ.

7.3.2 Полученную золу количественно переносят в стакан (см. 5.5), смывая ее порциями раствора соляной кислоты (см. 4.1) общим объемом 40 см³, добавляют 60 см³ дистиллированной

воды (см. 4.10) и несколько капель азотной кислоты (см. 4.2). *Раствор* доводят до кипения и кипятят в течение 30 мин.

Раствор охлаждают и количественно *переносят* в мерную колбу *емкостью* 250 см³ (см. 5.6) *дистиллированной* водой (см. 4.10). Объем *раствора* в колбе доводят *дистиллированной* водой до метки, перемешивают и фильтруют.

7.3.3 Аликвотную часть анализируемого раствора (см. 7.3.2), содержащую от 0,01 до 0,04 г кальция, в соответствии с ожидаемым содержанием кальция, с помощью пипетки (см. 5.8) переносят в стакан *емкостью* 250 см³ (см. 5.5). Добавляют 1 см³ раствора лимонной кислоты (см. 4.6), 5 см³ раствора хлористого аммония (см. 4.7) и примерно 100 см³ *дистиллированной* воды (см. 4.10). *Раствор* доводят до кипения, добавляют 10 капель раствора бромкрезолового зеленого (см. 4.8) и 30 см³ теплого раствора щавелевокислого аммония (см. 4.5). Если образуется осадок, его растворяют, добавляя несколько капель раствора соляной кислоты (см. 4.1).

Полученный раствор очень медленно, *добавляя по каплям*, нейтрализуют раствором аммиака (см. 4.4), непрерывно перемешивая, до 4,4 - 4,6 ед. рН (т.е. когда индикатор изменит цвет). Стакан помещают на кипящую водяную баню (см. 5.4) на 30 мин, чтобы сформированный осадок отделился. Стакан снимают с водяной бани и оставляют на 1 час. Осадок фильтруют (см. 5.3).

Стакан и фильтр промывают водой до полного удаления избытка щавелевокислого аммония. Отсутствие щавелевокислого аммония в промывной воде проверяется реакцией с хлоридами.

Фильтр с осадком помещают в стакан *емкостью* 250 см³ (см. 5.5) или колбу (см. 5.9) с широким горлом, добавляют 80 см³ *раствора* серной кислоты (см. 4.3) и подогревают до температуры 70 °С или 80 °С до растворения осадка.

7.3.4 Горячий раствор титруют раствором перманганата калия (см. 4.9) до розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

7.4 Количество определений

Выполняют два *параллельных* определения содержания кальция в одной и той же *лабораторной* пробе.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисление содержания кальция

Содержание кальция W , г/кг, в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$W = \frac{20,04 \cdot V \cdot c}{m} \cdot \frac{250}{V_1}, \quad (1)$$

где 20,04 – молярная масса эквивалента кальция, г/моль;

V – объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование, см³;

c – точная концентрация раствора перманганата калия, моль/дм³;

250 – объем анализируемого раствора (см. 7.3.2), см³;

m – масса анализируемой пробы, г;

V_1 – объем аликвотной части анализируемого раствора (см. 7.3.3), см³.

За результат испытания *принимают* среднеарифметическое значение результатов двух *параллельных* определений (см. 7.4) при условии выполнения требований повторяемости (см. 8.2).

Результат *записывают* с точностью до 1 г/кг.

8.2 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между результатами двух *отдельных независимых* определений, 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 *экземпляре* оборудования *в течение короткого промежутка времени*, не должно превышать:

1 г/кг (абсолютное *расхождение*) для содержания кальция менее 50 г/кг;

2 % (относительное *расхождение*) от полученного значения для содержания кальция 50 г/кг и более.

9 Замечания по проведению определения кальция

9.1 Для определения кальция в кормах и комбикормах с содержанием кальция менее 1 г/кг используют метод *атомно-абсорбционной спектроскопии* по ГОСТ 32343.

9.2 Пробы, состоящие исключительно из минеральных веществ, растворяют в соляной кислоте без озонения.

Для продуктов, трудно растворимых в кислотах, например, алюмокальциевых фосфатов, *анализируемую* пробу перемешивают в платиновой кювете со смесью, состоящей из равных частей карбоната калия и карбоната натрия массой в пять раз превышающей массу пробы. Аккуратно нагревают, пока смесь полностью не расплавится. После охлаждения *смесь* растворяют в соляной кислоте.

9.3 Если в анализируемой пробе содержание магния превышает содержание кальция, или в сомнительных случаях, осаждение оксалата кальция проводят два раза.

10 Протокол испытания

В протоколе испытания должны быть отражены:

- используемый метод и полученный результат,
- любые условия *проведения испытания*, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как дополнительные, а также любые обстоятельства, которые могут повлиять на результаты,
- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение ДА
(справочное)

**Сравнение структуры международного стандарта
со структурой межгосударственного стандарта**

Таблица ДА.1

| Структура международного стандарта | | | Структура межгосударственного стандарта | | |
|------------------------------------|-------|----------|---|-------|----------|
| подраздел | пункт | подпункт | подраздел | пункт | подпункт |
| Раздел 4 | | | Раздел 4 | | |
| 4.1 | - | - | 4.1 | - | - |
| 4.2 | - | - | 4.2 | - | - |
| 4.3 | - | - | 4.3 | - | - |
| 4.4 | - | - | 4.4 | - | - |
| 4.5 | - | - | 4.5 | - | - |
| 4.6 | - | - | 4.6 | - | - |
| 4.7 | - | - | 4.7 | - | - |
| 4.8 | - | - | 4.8 | - | - |
| 4.9 | - | - | 4.9 | - | - |
| - | - | - | 4.10 | - | - |
| Раздел 5 | | | Раздел 5 | | |
| 5.1 | - | - | 5.1 | - | - |
| 5.2 | - | - | 5.2 | - | - |
| 5.3 | - | - | 5.3 | - | - |
| 5.4 | - | - | 5.4 | - | - |
| 5.5 | - | - | 5.5 | - | - |
| 5.6 | - | - | 5.6 | - | - |
| 5.7 | - | - | 5.7 | - | - |
| - | - | - | 5.8 | - | - |
| - | - | - | 5.9 | - | - |
| Раздел 6 | | | Раздел 6 | | |
| Раздел 7 | | | Раздел 7 | | |
| Раздел 8 | | | Раздел 8 | | |
| Раздел 9 | | | Раздел 9 | | |
| Раздел 10 | | | Раздел 10 | | |
| Приложение | | - | Приложение | | ДА |

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено начиная с раздела 4, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 В раздел 4 настоящего стандарта введены подразделы с неуказанными в международном стандарте реактивами

3 Раздел 5 настоящего стандарта, дополнен подразделами с указанием используемого оборудования

4 В соответствии с ГОСТ 1.5—2001 и ГОСТ 1.3—2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА «Сравнение структуры межгосударственного стандарта со структурой международного стандарта».

Ключевые слова: корма, комбикорма, озоление, кальций, оксалат кальция, титрование, перманганат калия

Подписано в печать 12.12.2016. Формат 60x84¹/₈.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 6 экз. Зак. 3305.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru