



ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА, КОБАЛЬТА, МАРГАНЦА, МЕДИ, МОЛИБДЕНА, СЕЛЕНА И ЦИНКА В ПРОБАХ КОРМОВЫХ ДОБАВОК (ПРЕМИКСАХ, КОНЦЕНТРАТАХ) И КОМБИКОРМОВ

Методика М 04-77-2012

ГОСТ Р 56372-2015

(ФР.1.31.2012.13495)

ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, селена и цинка в пробах **кормовых добавок (премиксах, концентратах)** и **комбикормов** методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием **атомно-абсорбционных спектрометров с электротермической атомизацией серии «МГА»**.

На основе методики «ЛЮМЭКС» разработан и введен в действие **ГОСТ Р 56372-2015** «Комбикорма, концентраты и премиксы. Определение массовой доли железа, марганца, цинка, кобальта, меди, молибдена и селена методом атомно-абсорбционной спектроскопии».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами металлов, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра. Массовая концентрация элементов определяется величиной интегрального сигнала абсорбции и рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

Определение селена проводится с использованием модификатора – нитрата палладия или нитрата лантана.

Спектрометры серии «МГА» используются также для количественного определения:

- **железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, селена и цинка в пробах кормовых добавок на основе индивидуальных неорганических и органических (биоплексов)** (методика М 04-70-2011);
- **тяжелых металлов (кадмия, мышьяка, олова, ртути, свинца и хрома) в пробах кормов, комбикормов и сырья для их производства** (методика М 04-64-2017).

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг
Железо	4 – 50000
Кобальт	0,1 – 1000
Марганец	4 – 50000
Медь	1 – 20000
Молибден	4 – 50000
Селен	0,3 – 100
Цинк	4 – 50000

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 1–5 мл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч.;
- палладия нитрат, например, производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- лантана нитрат, 6-водный, например, производства фирмы «Fluka», кат. № 61520;
- водорода перекись (30%), ос.ч.



ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор и подготовка проб, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка графитовой печи, экспресс-определение качества бидистиллированной воды, градуировка спектрометра и проверка качества построения градуировочной характеристики.

Отбор проб проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на конкретный вид анализируемой продукции.

Разложение проб премиксов, концентратов и комбикормов при определении железа, марганца, молибдена, цинка, меди и кобальта проводят по ГОСТ 26929-94 методом мокрой минерализации или по схеме, предлагаемой в настоящей методике. Если также требуется определение селена, то минерализация проводится в системе с обратным холодильником.

Подготовку проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ 31671-2012 с использованием микроволнового способа нагрева.

В полученном минерализате определяют массовую концентрацию элементов.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь спектрометра вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы.

Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра «МГА»» и ПУ 62-2017. Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора.