

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
53351—  
2009

---

## СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

Определение массовой доли селена  
методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Издание официальное

Б3 11—2008/439



Москва  
Стандартинформ  
2009

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 июня 2009 г. № 183-ст

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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*

© Стандартиформ, 2009

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

**Содержание**

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Сущность метода . . . . .	2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы . . . . .	2
5 Порядок подготовки к проведению испытания . . . . .	3
6 Порядок проведения испытания . . . . .	4
7 Обработка и оформление результатов испытания . . . . .	5
8 Метрологические характеристики . . . . .	6
9 Контроль качества результатов измерений . . . . .	6
10 Требования к квалификации операторов . . . . .	6
Библиография . . . . .	7

**Поправка к ГОСТ Р 53351—2009 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектроскопии**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Наименование стандарта	<b>животных</b>	<b>ветеринарного применения</b>
Наименование стандарта на английском языке	animals	veterinary use
Раздел 1	животных	ветеринарного применения
Раздел 2	ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для животных	ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для ветеринарного применения
Пункт 5.1	животных	ветеринарного применения
Библиографические данные	животных	ветеринарного применения

(ИУС № 3 2013 г.)

СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА,  
КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Medical remedies for animals, feed and feed additives.  
Detection of mass fraction of selenium by atom absorption spectrometric method

Дата введения — 2010—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки и устанавливает метод гидридной атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовых долей селена в диапазоне измерений от 0,25 до 1,50 мг/кг.

**2 Нормативные ссылки**

- В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
- ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для животных. Правила приемки, методы отбора проб
- ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
- ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты
- ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- 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

**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 ежегодно издаваемому информа-

ционному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым 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

3.1 Метод основан на образовании гидрида селена после кислотной минерализации образца в закрытой системе микроволновой печи с последующим восстановлением Se (IV) в газообразный гидрид селена боргидридом натрия, введении гидрида селена в нагретый кварцевый атомизатор и измерении величины атомного поглощения селена (аналитическая линия 196,0 нм), образующегося при термическом разложении гидрида селена.

3.2 В процессе подготовки пробы соединения селена переводятся в соединения Se (IV), которые количественно восстанавливаются до гидрида.

3.3 При определении селена в водорастворимых лекарственных средствах кислотная минерализация не требуется.

### 4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

4.1 Для определения массовой доли селена используют следующие средства измерений и вспомогательное оборудование:

- пламенный атомно-абсорбционный спектрометр любой марки, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный спектральной лампой, которая излучает спектр селена, и снабженный системой генерации гидридов, включающий в себя аналитический модуль или приставку для генерации гидридов, атомизатор — кварцевую ячейку и программное обеспечение, управляющее работой системы генерации гидридов. Указанное программное обеспечение может быть составной частью программного обеспечения к спектрометру;

- весы лабораторные высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг по ГОСТ 24104;

- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки образцов с мощностью 1600 Вт и частотой магнетрона 220—240 В/50 Гц;

- государственные стандартные образцы состава водного раствора ионов Se (IV) с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ . Массовые концентрации в стандартном образце раствора ионов селена должны быть не менее 0,05 мг/см<sup>3</sup> и не более 1,00 мг/см<sup>3</sup>;

- баня ультразвуковая;

- плитка электрическая по ГОСТ 14919;

- баня водяная лабораторная.

4.2 Для определения массовой доли селена используют следующие лабораторную посуду и материалы:

- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;

- колбы 1—50 (100; 500) — 2 по ГОСТ 1770;

- цилиндры 1(2,3) — 100 — 1 по ГОСТ 1770;

- воронки ВФ-1(2) — 60 — ПОР 500 ТХС по ГОСТ 25336;

- фильтры обеззоленные с синей лентой, диаметром от 7 до 10 см по [1].

4.3 Для определения массовой доли селена используют следующие реактивы:

- натрия боргидрид, х. ч. по [2];

- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

- карбамид по ГОСТ 6691;

- аргон газообразный в баллоне, снабженном редуктором по ГОСТ 10157;

- ацетилен технический, растворенный и газообразный по ГОСТ 5457;

- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;

- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261;

- перекись водорода по ГОСТ 177;

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

4.4 Все реактивы должны относиться к подгруппе чистоты 1 (ос. ч.) или 2 (х. ч.) по ГОСТ 13867.

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

## 5 Порядок подготовки к проведению испытания

### 5.1 Отбор проб

Отбор проб лекарственных средств для животных, кормов и кормовых добавок проводят в соответствии с ГОСТ Р 52684 и ГОСТ 13496.0.

### 5.2 Подготовка прибора к работе и условия выполнения измерений

5.2.1 Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 10 °С до 35 °С;
- атмосферное давление — от 630 до 800 мм рт. ст. (от 840 до 1067 ГПа);
- влажность воздуха при температуре 25 °С — от 30 % до 80 %.

Рабочая длина волны при определении селена — 196,0 нм.

5.2.2 Систему генерации подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации системы и/или прибора.

### 5.3 Приготовление вспомогательных растворов

#### 5.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты

При приготовлении вспомогательных растворов для канала кислоты используют раствор соляной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>. Для этого в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают мерным цилиндром 93 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты с плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора не ограничен.

#### 5.3.2 Приготовление 0,3 %-ного раствора боргидрида натрия

Для канала восстановителя используют 0,3 %-ный раствор боргидрида натрия в 0,5 %-ном растворе гидроксида натрия. Для этого 0,5 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, затем добавляют 0,3 г боргидрида натрия и перемешивают. После полного растворения доводят до метки дистиллированной водой.

Для анализа используют свежеприготовленный раствор.

#### 5.3.3 Приготовление 20 %-ного раствора карбамида

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 г карбамида и растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Затем доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — 1 мес.

#### 5.3.4 Приготовление фонового раствора соляной кислоты

Фоновый раствор соляной кислоты готовят смешиванием 500 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты с 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Срок хранения раствора не ограничен.

### 5.4 Приготовление градуировочных растворов

#### 5.4.1 Приготовление промежуточного раствора селена А

Для приготовления промежуточного раствора А с массовой концентрацией селена 0,1 мг/см<sup>3</sup> вскрывают стеклянную ампулу государственного стандартного образца состава водного раствора ионов Se (IV) с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>, отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> стандартного образца, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки раствором соляной кислоты по 5.3.4 и перемешивают.

Срок хранения раствора — 6 мес.

#### 5.4.2 Приготовление промежуточного раствора селена Б

Для приготовления промежуточного раствора селена Б с массовой концентрацией селена 0,01 мг/см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> промежуточного раствора А в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором соляной кислоты по 5.3.4.

Срок хранения раствора — 20 дней.

#### 5.4.3 Приготовление промежуточных растворов селена В и Г

Промежуточные растворы селена В и Г с массовой концентрацией 1,0 и 0,1 мг/дм<sup>3</sup> соответственно готовят как раствор Б, последовательно разбавляя каждый вновь приготовленный раствор соляной кислотой по 5.3.4.

Растворы В и Г готовят в день проведения анализа.

#### 5.4.4 Приготовление градуировочных растворов селена массовой концентрацией 5,0; 10,0; 30; 50 мкг/дм<sup>3</sup>

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 2,5; 5,0; 15,0; 25,0 см<sup>3</sup> раствора Г, доводят до метки фоновым раствором соляной кислоты по 5.3.4 и тщательно перемешивают.

Растворы готовят непосредственно перед проведением анализа.

#### 5.5 Градуировка прибора

Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов, приготовленных по 5.4.4. Нуль прибора устанавливают по фоновому раствору соляной кислоты. Градуировочные растворы прокачивают через систему. Регистрируют атомное поглощение каждого раствора три раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений.

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных измерений градуировочного раствора не должно превышать 10 %. Строят градуировочный график.

Устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации селена в растворе, мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 5.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

5.6.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве образца для контроля стабильности градуировочной характеристики используют раствор селена, приготовленного аналогично 5.4.4. Массовую концентрацию селена в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики выбирают, исходя из предполагаемого содержания селена в анализируемых пробах.

Регистрируют не менее двух раз атомное поглощение раствора образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, вычисляют среднеарифметическое значение и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию селена.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется условие:

$$\frac{C_n - C_0}{C_0} \leq 0,1, \quad (1)$$

где  $C_n$  — измеренное значение массовой концентрации селена в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  — действительное значение массовой концентрации селена в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм<sup>3</sup>.

Если условие (1) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. Результаты повторного контроля считают окончательными, градуировку прибора по 5.5 проводят заново.

## 6 Порядок проведения испытания

### 6.1 Микроволновая минерализация проб

6.1.1 Для минерализации проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (полиминеральные добавки, лекарственные средства, содержащие селен), процедуру проводят в одну стадию с использованием концентрированной азотной кислоты. При минерализации проб с органической матрицей [белково-витаминно-минеральные концентраты (БВМК), комбикорма, корма для мелких домашних животных] процесс проводят с постепенным увеличением давления и второй стадией минерализации с добавлением перекиси водорода.

Для проведения минерализации пробы в закрытой системе используют микроволновую лабораторную печь.



6.1.2 Устанавливают программу проведения минерализации в соответствии с рекомендациями изготовителя микроволновой печи. Например, при использовании микроволновой печи MDS-2000 фирмы СЕМ (США) параметры программы, подобранные по типам кормов и кормовых добавок, выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Тип анализируемого образца	Навеска, г	Параметры разложения					
		1 стадия (с $\text{HNO}_3$ )			2 стадия (с $\text{H}_2\text{O}_2$ )		
		этап	давление, МПа	время, мин	этап	давление, МПа	время, мин
Полиминеральные добавки, премиксы, л/с, содержащие селен	0,8	1	0,35	5	—	—	—
		2	0,70	10			
		3	1,00	10			
БВМК, комбикорма, корма для непродуктивных животных	0,5	1	0,35	5	1	0,35	10
		2	0,55	5			
		3	0,70	8			
		4	0,90	10			
		5	1,00	10			

6.1.3 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- навеску 0,5 или 0,8 г (в зависимости от типа пробы) помещают в стакан-автоклав;
- добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и герметизируют сосуд, при необходимости поместив в него датчик контроля давления и/или температуры;
- параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (контрольный раствор);
- помещают карусель с автоклавами в печь и проводят разложение в зависимости от выбранной программы для данного типа образца;
- по окончании разложения сосуды охлаждают и вскрывают в соответствии с руководством (инструкцией) изготовителя микроволновой лабораторной печи.

Для образцов с органической матрицей проводят вторую стадию минерализации. Для этого к охлажденной пробе добавляют 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, снова закрывают сосуд, помещают в микроволновую печь и вновь подвергают минерализации по выбранной программе.

6.1.4 Для перевода всех форм селена в селен (IV) в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> добавляют 25 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и полученный после микроволновой минерализации раствор, фильтруя через обеззоленный фильтр «синяя лента». Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора карбамида 20 %-ного по 5.3.3 и нагревают на водяной бане в течение 10 мин при температуре не более 90 °С. Затем раствор дегазируют в ультразвуковой бане и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

## 6.2 Измерение атомного поглощения селена

Измеряют атомное поглощение селена в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы (см. 6.1.3) три раза. Вычисляют среднеарифметическое измеренных значений в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по 5.5. Используя градуировочную характеристику 5.5, вычисляют массовую концентрацию элемента.

## 7 Обработка и оформление результатов испытания

7.1 Массовую долю селена в пробе  $C$ , млн<sup>-1</sup> (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(C_1 - C_k) \rho V_k}{1000 B} \quad (2)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация селена в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику по 5.5, мкг/дм<sup>3</sup>;

$C_x$  — массовая концентрация селена в контрольном растворе 5.4, найденная по градуировочному графику по 5.5, мкг/дм<sup>3</sup>;

$\rho$  — коэффициент разбавления пробы;

$V_x$  — объем раствора пробы после минерализации по 6.1.3, дм<sup>3</sup>;

$B$  — масса навески, кг;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

7.2 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

## 8 Метрологические характеристики

Метод атомно-абсорбционной спектроскопии обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерения, млн <sup>-1</sup> (мг/кг)	Предел повторяемости $r$ , млн <sup>-1</sup> (мг/кг)	Предел воспроизводимости $R$ , млн <sup>-1</sup> (мг/кг)	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$ , млн <sup>-1</sup> (мг/кг)
От 0,25 до 1,50 вкл.	0,40С*	0,47С*	0,35С*
* С — результат измерений массовой доли селена в пробе по формуле (2).			

## 9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

## 10 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой атомно-абсорбционного анализа, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами и освоивший настоящую методику выполнения измерений.

**Библиография**

- [1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
- [2] ТУ 1-92-162—90 Натрия боргидрид технический

Ключевые слова: лекарственные средства для животных, корма, кормовые добавки, определение массовой доли селена, метод атомно-абсорбционной спектроскопии, способ микроволнового разложения проб

Редактор *Н.О. Грач*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *М.С. Кабацова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.06.2009. Подписано в печать 27.08.2009. Формат 60x84<sup>1/8</sup>. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 131 экз. Зак. 548.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

**Поправка к ГОСТ Р 53351—2009 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли селена методом атомно-абсорбционной спектроскопии**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Наименование стандарта	<b>животных</b>	<b>ветеринарного применения</b>
Наименование стандарта на английском языке	animals	veterinary use
Раздел 1	животных	ветеринарного применения
Раздел 2	ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для животных	ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для ветеринарного применения
Пункт 5.1	животных	ветеринарного применения
Библиографические данные	животных	ветеринарного применения

(ИУС № 3 2013 г.)