МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЫ (ОСТАТКА), НЕРАСТВОРИМОЙ В СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

Издание официальное

БЗ 9—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 83 «Фосфатные удобрения»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 31 июля 1997 г. № 272 межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.12—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1998

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения золы (остатка), нерастворимой в соляной кислоте

Feed phosphates.
Method for determination of ash (residue)
insoluble in hydrochloric acid

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья с массовой долей золы (остатка), нерастворимой в соляной кислоте, в диапазоне от 10 до 25 %, и устанавливает метод ее определения.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 24596.0—81 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа

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

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ (ОСТАТКА), НЕРАСТВОРИМОЙ В СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в обработке пробы соляной кислотой при нагревании и прокаливании остатка в электропечи до постоянной массы.

4.2 Аппаратура

Шкаф сушильный электрический типа 2В-151, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима до (200±2) °С или другой аналогичный.

Баня водяная.

Тигли высокие № 3 и № 4 фарфоровые по ГОСТ 9147.

Печь электрическая муфельная, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева 900—1000 °С.

Щипцы тигельные.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или по нормативному документу.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Издание официальное

Палочка стеклянная.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Бумага индикаторная лакмусовая или универсальная.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770.

Воронка Бюхнера.

4.3 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,17—1,18 г/см^3, раствор концентрации c (HCl) = 3 моль/дм^3 (1:3).

4.4 Проведение анализа

Пробу массой в соответствии с таблицей 1 взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают 10 см^3 дистиллированной воды и добавляют в соответствии с таблицей 1 раствор соляной кислоты (для трикальцийфосфата 1-го сорта добавляют 0,1 г желатина), перемешивают, накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 30 мин, время от времени перемешивая стеклянной палочкой. Горячий раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента» и промывают осадок на фильтре несколько раз горячей водой до нейтральной реакции (для ускорения можно использовать фильтрацию под вакуумом на воронке Бюхнера). Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный и взвешенный тигель, подсушивают в сушильном шкафу при температуре (160±2,5) °С в течение 30—40 мир, обугливают фильтр на горелке или на краю муфельной печи, затем прокаливают в электропечи при температуре (800±20) °С в течение 1—1,5 ч до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до температуры (20±5) °С в течение 1 ч и взвешивают.

4.5 Обработка результатов

Массовую долю золы (остатка), нерастворимой в соляной кислоте X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса тигля, г;

m_3 — масса тигля с золой, г.

m_2 — масса пробы, г;

Таблица 1

Массовая доля золы, %	Масса навески анализируемой пробы, г	Объем раствора соляной кислоты, см^3	Объем воды, см^3	Примечание
< 1	Около 10	100	—	Для нерастворимых в воде фосфатов кальция
1—10	Около 5	5	95	Для фосфатов аммония
1—10	Около 5	70	30	Для фосфатов кальция
> 10	Около 2	50	50	Для фосфатов кальция

Массовую долю золы, нерастворимой в соляной кислоте, в пересчете на абсолютно сухое вещество X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - Y}, \qquad (2)$$

где Y — массовая доля влаги в анализируемой пробе, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми при массовой доле золы до 1 % и от 1 до 20 % не превышает допускаемое расхождение, равное 0,07 % и 0,2 % соответственно.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,04 % при массовой доле золы до 1 % и ±0,10 % при массовой доле золы от 1 до 20 %.

Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

УДК 661.635:636.087:546.06:006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: фосфаты кормовые, химический анализ, зола

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.11.97. Подписано в печать 21.01.98. Усл.печ.л0,93. Уч. изд.л. 0,43.
Тираж 217 экз. С/Д 2627. Зак. 466.
gost.e-ecolog.ru
ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102