ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА

ГОСТ 26657—85

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством сельского хозяйства СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. С. Шумилин, Г. И. Горшкова, А. Н. Головин, С. Г. Кириченко, К. И. Бабушкина, О. Н. Глобина, В. А. Чуйков, А. М. Звягинцев, Н. В. Лисицына, Л. А. Николенко, Г. Д. Гуменюк, В. М. Дубина, Л. А. Сушко, Н. А. Матюхина

ВНЕСЕН Министерством сельского хозяйства СССР

Член Коллегии **В. П. Толстоусов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 ноября 1985 г. № 3646

УДК 636.085.3 : 006.354 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания фосфора

Fodder, mixed fodder, and mixed fodder raw materials. Methods for determination of phosphorus

ГОСТ 26657—85

Взамен
ГОСТ 7636—85
в части п. 8.12.1

ОКСТУ 9709, 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 ноября 1985 г. № 3646 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов и комбикормового сырья (за исключением минерального сырья и кормовой костяной муки) и устанавливает фотометрический и объемный методы определения содержания в них фосфора.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 4808—75, ГОСТ 7194—81, ГОСТ 7631—73, ГОСТ 13586.3—83, ГОСТ 13496.0—80, ГОСТ 13979.0—68, ГОСТ 17681—82, ГОСТ 18691—83, ГОСТ 23638—79, ГОСТ 23637—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ ВАНАДИЕВОМОЛИБДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА (ОСНОВНОЙ МЕТОД)

Сущность метода заключается в способности ортофосфорной кислоты в кислой среде в присутствии ванадат- и молибдатионов образовывать фосфорнованадиевомолибдатную гетерополикислоту желтого цвета. Интенсивность окраски пропорциональна содержанию фосфора в растворе. Минерализацию проб проводят способом мокрого или сухого сжигания.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

2.1. **Определение фосфора в пробах после сухого сжигания**

2.1.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр ФЭК 56М, ФЭК-60 или других марок, имеющих светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм;

печь муфельную по ГОСТ 13474—79;

щипцы для тиглей муфельные;

измельчитель проб растений ИПР-2, соломорезку марки ИСР-1;

сушилку проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5 °С;

мельницу лабораторную марки МРП-2;

сито с отверстиями 1×1 мм или диаметром 1 мм;

пипетки вместимостью 1, 5, 10, 15, 20 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74 или дозаторы с той же вместимостью с погрешностью дозирования не более 5%;

воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 диаметром 4—6 см;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

цилиндры мерные вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

стаканы или колбы химические вместимостью 50—100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

тигли фарфоровые № 3—4;

стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250 $см^3$ с плотно закрывающимися пробками или крышками;

ступку фарфоровую с пестиком;

дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, ч. д. а.;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, ч. д. а.;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, ч. д. а.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., разбавленную дистиллированной водой в отношении 1 : 1;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.:

кальций хлористый технический по ГОСТ 4460—77, прокаленный при температуре 250—300 °С в течение 2 ч.

Примечание. Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду или другие мерные средства измерений, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

2.1.2. Подготовка к испытанию

2.1.2.1. *Подготовка проб к испытанию*

Среднюю пробу сена, силоса, сенажа, соломы, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной до 1—3 см; корнеплоды разрезают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Из средней пробы комбикормов и комбикормового сырья методом квартования выделяют около 100 г материала, размалывают его и просеивают без предварительного подсушивания.

Подготовленные для испытания пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом темном месте.

2.1.2.2. *Приготовление растворов и реактивов*

Приготовление раствора азотной кислоты (раствор № 1).

Один объем концентрированной азотной кислоты разводят двумя объемами дистиллированной воды.

Приготовление раствора ванадиевокислого аммония (раствор № 2)

2,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в нагретой до кипения дистиллированной воде, охлаждают, добавляют 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят водой объем раствора до 1 $дм^3$.

Приготовление раствора молибденовокислого аммония (раствор № 3)

50 г молибденовокислого аммония растворяют в горячей (свыше 75 °С) воде, охлаждают и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

Приготовление окрашивающей смеси (раствор № 4)

Равные объемы растворов № 1, 2, 3 последовательно смешивают и в случае появления мути отфильтровывают. Смесь хранят в темном месте при температуре 15—28 °С не более 6 мес.

Приготовление основного раствора фосфата

4,393 г однозамещенного фосфорно-кислого калия, высушенного при 100—105 °С в течение 2 ч, растворяют в дистиллированной воде, объем раствора доводят водой до 1 $дм^3$, перемешивают и хранят в склянках с притертыми пробками до одного года. В 1 $см^3$ основного раствора содержится 1 мг фосфора.

Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 500 $см^3$ из бюретки вместимостью 50 $см^3$ вливают основной раствор фосфата в объемах, ука-

занных в табл. 1; в каждую колбу добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20%, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Растворы сравнения хранят не более 3 мес при температуре 15—25 °С в местах, защищенных от прямых солнечных лучей.

Таблица 1

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем основного раствора фосфата, см³	0	3	5	10	20	30	40	50	60
Масса фосфора в навеске, мг*	0	0,6	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	12,0

* Соответствует массе фосфора (мг) в 100 см³ исходных растворов сравнения и исходных анализируемых растворов.

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика из девяти исходных растворов сравнения пипеткой берут по 10 см³ и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты (раствор № 1) и 15 см³ окрашивающего раствора № 4, доводят дистиллированной водой до метки. После каждого добавления реактивов и воды растворы тщательно перемешивают и через 30 мин фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10—20 мм, используя синий светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм. Оптическую плотность растворов измеряют относительно первого раствора сравнения, не содержащего фосфор.

По результатам фотометрирования восьми растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс число, равное количеству фосфора в навеске (в 100 см³ исходного раствора) в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующую величину оптической плотности.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности результатов двух отсчетов на приборе.

Градуировочный график строят в масштабе: на оси абсцисс в 1 см — 0,2 мг фосфора, на оси ординат в 1 см — 0,05 единиц оптической плотности.

При стабильной работе прибора график проверяют по трем растворам сравнения в том интервале, в котором проводятся испытания. При нестабильной работе прибора растворы сравнения

фотометрируют одновременно с испытуемыми растворами, каждый раз строя градуировочный график.

2.1.3. Проведение испытания

В предварительно прокаленный, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с погрешностью не более 0,001 г тигель берут навеску испытуемой пробы, приготовленной по п. 2.1.2.1, массой около 0,5—2 г (для кормов животного происхождения берут навеску массой 0,3—0,4 г) в зависимости от содержания фосфора в продукте. Тигель помещают в холодную муфельную печь и повышают температуру до 200—250 °С (до появления дыма). Допускается предварительное сжигание пробы на электрической плитке, песчаной бане или газовой горелке, при этом следует избегать воспламенения пробы, помещая тигли на асбестовую сетку.

После прекращения выделения дыма температуру печи поднимают до (525±25) °С, и ведут прокаливание в течение трех часов, охлаждают. Отсутствие несгоревших частиц угля и равномерный светлый цвет золы указывают на полное озоление навески. В противном случае золу осторожно смачивают несколькими каплями воды. Затем выпаривают воду на плитке, тигли с золой снова помещают в печь, прокаливают при температуре (525± ±25) °С еще в течение одного часа. Затем тигли охлаждают, золу смачивают несколькими каплями воды, добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 5—10 см^3 воды, перемешивают стеклянной палочкой и переносят, не фильтруя, через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Тигель и воронку тщательно обмывают водой, доводят раствор водой до метки, перемешивают и дают осадку отстояться. Аликвоту для анализа берут, не взмучивая осадка.

Из анализируемых растворов пипеткой берут по 10 см^3 раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 азотной кислоты (раствор № 1) и доводят до кипения на электроплитке, покрытой асбестовой сеткой. Охлаждают, добавляют 15 см^3 окрашивающего раствора № 4 и доводят дистиллированной водой до метки. После добавления растворов № 1 и 2 и воды каждый раз тщательно перемешивают. Допускается проводить кипячение в стаканах вместимостью 50—100 см^3, а затем для окрашивания количественно перенести раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Через 30 мин окрашенные растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10—20 мм, используя синий светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм. Оптическую плотность растворов измеряют относительно первого раствора сравнения, не содержащего фосфор. Если оптическая плотность испытуемого раствора превышает оптическую плотность раствора сравнения, исходный анализируемый раствор разбавляют первым раствором сравнения

до оптимальной для фотометрирования концентрации (оптическая плотность 0,2—0,8) и повторяют описанные выше операции в том же порядке.

2.1.4. Обработка результатов

2.1.4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфора в навеске, найденная по графику, мг;

m — масса навески, мг.

Если исходный зольный раствор перед анализом был разбавлен, полученный результат увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен исходный раствор.

2.1.4.2. Массовую долю фосфора в пересчете на абсолютно сухое вещество (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{X\cdot 100}{100-W},$$

где X — массовая доля фосфора в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений ($d_{абс}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

$d_{абс}=0{,}01+0{,}09\overline{X}$;

$D_{абс}=0{,}01+0{,}28\overline{\overline{X}}$,

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух испытаний, выполненных в разных условиях, %.

Предельная погрешность результата анализа ($\sigma\overline{X}$) в процентах при односторонней доверительной вероятности $P=0{,}95$ выражается формулой $\sigma\overline{X}=0{,}007+0{,}164\overline{X}$, где $\overline{X}$ — массовая доля фосфора, %.

2.2. Определение содержания фосфора в пробах после мокрого озоления

2.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр ФЭК 56М, ФЭК-60 или других марок, имеющих светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм;

нагревательные устройства для пробирок или колб с температурой нагрева до 340—380 °С (допускается применение электроплиток, покрытых асбестовой сеткой);

пробирки или колбы Къельдаля по ГОСТ 25336—82 или конические колбы из термостойкого стекла вместимостью 50—100 см³;

пипетки вместимостью 2, 5, 10, 20, 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74 или дозаторы с погрешностью дозирования не более 5%;

колбы мерные вместимостью 100, 1000 см³ 2-го класса точности с одной меткой по ГОСТ 1770—74;

бюретку вместимостью 50 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

цилиндры вместимостью 50, 500, 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, ч. д. а.;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—76, ч. д. а.;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, ч. д. а.;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.;

селен аморфный, ч;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30%;

дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72.

2.2.2. Подготовка к испытанию

2.2.2.1. *Подготовка проб к испытанию* — по п. 2.1.2.1.

2.2.2.2. *Приготовление растворов*

Приготовление серной кислоты, содержащей селен

К 5 г селена добавляют 1 дм³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и нагревают не менее 2 ч в колбе из термостойкого стекла до полного обесцвечивания при температуре 340—380 °С.

Приготовление раствора ванадиевокислого аммония — по п. 2.1.2.2.

Приготовление раствора молибденовокислого аммония — по п. 2.1.2.2.

Приготовление окрашивающей смеси

Сливают равные объемы растворов ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония, добавляют 1 дм³ дистиллированной воды. Смесь хранят в темном месте при температуре 15—28 °С не более 6 мес.

Приготовление основного раствора фосфата — по п. 2.1.2.2.

Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 1 дм^3 из бюретки вместимостью 50 см^3 вносят основной раствор фосфата в объемах, указанных в табл. 2. В каждую колбу наливают до половины дистиллированную воды и добавляют 30 см^3 концентрированной серной кислоты, содержащей селен. Растворы охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки (после прибавления каждого из указанных реактивов и воды растворы тщательно перемешивают).

При температуре 15—28 °С растворы хранят не более 3 мес в местах, защищенных от прямых солнечных лучей.

Таблица 2

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем основного раствора фосфата, см^3	0	2	5	10	15	20	25	30	40
Масса фосфора в навеске, мг*	0	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	4,0

* Соответствует массе фосфора (мг) в 100 см^3 исходных растворов сравнения и исходных анализируемых растворов.

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика из девяти исходных растворов сравнения пипеткой берут по 25 см^3 раствора и переносят в стаканы или колбы вместимостью 50—100 см^3. Добавляют 10 см^3 окрашивающей смеси и перемешивают. Через 30 мин окрашенные растворы фотометрируют в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10—20 мм, используя синий светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм. Оптическую плотность растворов измеряют относительно первого раствора сравнения, не содержащего фосфор. По результатам фотометрирования восьми растворов сравнения строят градуировочный график так, как это указано в п. 2.1.2.2.

2.2.3. Проведение испытания

В длинной сухой пробирке, свободно входящей в горло колбы или в пробирку для сжигания, отвешивают с погрешностью не более 0,001 г навеску испытуемой пробы массой 0,2—0,3 г в зависимости от содержания фосфора в продукте. Вставив пробирку с материалом возможно глубже в колбу или пробирку для сжигания, высыпают навеску и вновь взвешивают пробирку. По раз-

ности между первым и вторым взвешиваниями определяют массу навески, взятой для испытания. К навеске добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода с массовой долей 30% (для ускорения сжигания допускается увеличение количества перекиси до 4 см³). Через 1,5—2 мин добавляют 3 см³ концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и слегка встряхивают. Пробирки или колбы постепенно нагревают до температуры 340—380 °С. Минерализацию проб продолжают до полного обесцвечивания раствора (15—30 мин в колбах и 1—1,5 ч в пробирках). Если за это время не происходит обесцвечивания, раствор охлаждают до 60—80 °С, приливают 1 см³ перекиси водорода и снова нагревают в течение получаса.

Допускается проводить минерализацию в калиброванных пробирках из термостойкого стекла.

После обесцвечивания раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до 100 см³ и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий минерализованной пробы корма.

Для определения фосфора из исходных анализируемых растворов (включая контрольный) пипеткой или шприцем-дозатором берут 25 см³ раствора, переносят в стаканы или колбы вместимостью 50—100 см³. Добавляют 10 см³ окрашивающей смеси и перемешивают.

Окрашенные растворы фотометрируют через 30 мин в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10—20 мм, используя синий светофильтр с максимумом светопропускания в области 440—465 нм. Оптическую плотность испытуемых растворов измеряют относительно контрольного раствора, в который добавлена окрашивающая смесь.

Если оптическая плотность испытуемого раствора превышает оптическую плотность девятого раствора сравнения, исходный анализируемый раствор разбавляют первым раствором сравнения до оптимальной для фотометрирования концентрации (оптическая плотность 0,2—0,8) и повторяют описанные выше операции в том же порядке.

2.2.4. Обработка результатов

Обработка результатов — по п. 2.1.4.

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА

Метод предназначен для определения фосфора в рыбной и крилевой муке при их производстве.

Сущность метода заключается в получении осадка и титровании его раствора с образованием нормальной соли молибденовой кислоты и двузамещенной соли фосфорной кислоты.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

электроплитку бытовую по ГОСТ 306—76;

колбы Къельдаля вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные вместимостью 100 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

стаканы химические или колбы вместимостью 300—400 см³ по ГОСТ 25336—82;

фильтры беззольные «синяя лента»;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. и стандарт-титр серной кислоты, раствор концентрации $c(H_2SO_4)$ 0,05 моль/дм³ (0,1 н.);

кислоту азотную концентрированную по ГОСТ 4461—77, ч. д. а. и раствор с массовой долей 1%;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, насыщенный раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, концентрации $c(NaOH)$ 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствор;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор с массовой долей 1%;

метил-рот по ГОСТ 5853—51;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

3.2. Подготовка к испытанию

Подготовка проб к испытанию — по п. 2.1.2.1.

3.2.1. *Подготовка растворов и реактивов к испытанию*

Приготовление раствора аммония молибденовокислого

Растворяют в теплой воде 90 г химически чистой соли, отвешенной с погрешностью не более 0,1 г. После охлаждения к раствору прибавляют аммиак до слабощелочной реакции, затем доводят дистиллированной водой до 1 дм³ и через 12 ч фильтруют.

3.3. Проведение испытания

3.3.1. *Приготовление минерализата*

Навеску кормовой муки массой 0,3—0,5 г, отвешенную с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, помещают в колбу Къельдаля вместимостью 100 см³, заливают 5 см³ концентрированной серной кислоты и 5 см³ концентрированной азотной кислоты. Колбу с содержимым осторожно нагревают так, чтобы избежать сильного вспенивания. В процессе сжигания несколько

раз добавляют по 2 см³ азотной кислоты, предварительно охлаждая колбу, до полного обесцвечивания раствора.

После охлаждения в колбу приливают 5 см³ дистиллированной воды и осторожно кипятят для удаления окислов азота (до исчезновения бурой окраски паров окислов азота).

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ многократным смыванием дистиллированной водой и после охлаждения объем раствора доводят до метки.

3.3.2. *Осаждение и титрование*

После тщательного перемешивания отбирают 25 см³ раствора в химический стакан или коническую колбу вместимостью 300—400 см³, добавляют 2 капли индикатора метил-рота, нейтрализуют аммиаком до перехода красной окраски в желтую, добавляют 5 см³ азотной кислоты, 10 см³ насыщенного раствора азотнокислого аммония и доводят объем жидкости дистиллированной водой до 60—80 см³. Раствор подогревают до 30—45 °С и при перемешивании приливают 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, дают постоять 1—2 мин и снова приливают при перемешивании 5 см³ того же раствора молибденовокислого аммония. Смесь перемешивают в течение 5—15 мин и оставляют на 1 ч. После этого фильтруют через плотный бумажный фильтр, стараясь оставить осадок в колбе. Промывают осадок в стакане или колбе раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, а затем охлажденной водой до нейтральной реакции на лакмус промывных вод. Всего на промывание расходуют около 200 см³ фильтрата.

Промытый фильтр с осадком переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, и приливают 0,1 моль/дм³ раствора едкого натра в количестве, превышающем требуемое для растворения осадка. Осадок растворяют при помешивании, стеклянной палочкой измельчают фильтр, добавляют 20 см³ прокипяченной холодной дистиллированной воды, 0,5 см³ фенолфталеина и оттитровывают избыток щелочи 0,05 моль/дм³ раствором серной кислоты.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю фосфора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V \cdot K_1 - V_1 \cdot K_2) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 0{,}0001348}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора едкого натра 0,1 моль/дм³, добавленного для растворения осадка, см³;

K_1 — коэффициент пересчета на раствор едкого натра точной концентрации 0,1 моль/дм³;

V_1 — объем раствора серной кислоты с концентрацией 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка щелочи, см^3;

K_2 — коэффициент пересчета на раствор серной кислоты точной концентрации 0,05 моль/дм^3;

100 — конечный объем раствора минерализованной пробы, см^3;

0,0001348 — количество фосфора, соответствующее 1 см^3 раствора концентрацией 0,1 моль/дм^3 едкого натра, г;

m — масса навески, г;

25 — объем испытуемого раствора, взятого для определения, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми для доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,05 абс.%. Результат вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Изменение № 1 ГОСТ 26657—85 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.07.88 № 2616

Дата введения 01.01.89

Пункт 1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 7631—73 на ГОСТ 7631—85, ГОСТ 13979.0—68 на ГОСТ 13979.0—86.

Пункт 2.1.1. Четвертый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 13474—79 на «нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке»;

восьмой абзац после обозначения «МРП-2» дополнить словами: «и других марок»;

двадцать шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4460—77 на «нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке».

Пункт 2.1.4.2 дополнить абзацем: «Допускается при наличии стандартных образцов проведение анализа без параллельных определений. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между

(Продолжение см. с. 350)

воспроизведенным и аттестованным содержанием определяемого в стандартном образце вещества находится в пределах допускаемой погрешности анализа. В этом случае за результат испытания анализируемого продукта принимают результат единичного определения».

Пункт 2.2.2.2. Шестой абзац изложить в новой редакции: «Сливают равные объемы растворов ванадиевокислого аммония, молибденовокислого аммония и дистиллированной воды.

Смесь хранят в темном месте при температуре 15—28 °С не более 6 мес».

Пункт 3.1. Семнадцатый абзац изложить в новой редакции: «метиловый красный (индикатор)»;

Пункт 3.4 дополнить абзацем: «Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным содержанием определяемого в стандартном образце вещества находится в пределах допускаемой погрешности анализа. В этом случае за результат испытания анализируемого продукта принимают результат единичного определения».

(ИУС № 11 1988 г.)

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 05.12.85 Подп. в печ. 13.01.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,84 уч.-изд. л
Тир. 16 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1523

Цена 5 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг\ с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^3 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2\ кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot$ кд · ср
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru