МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.10— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения ртути

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2015 г. № 1273-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.10—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.10—96

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 2020

В Российской Федерации 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 Требования безопасности 2
4 Отбор и подготовка проб 2
5 Условия проведения испытаний 2
6 Требования к квалификации оператора 2
7 Визуально-колориметрический метод 2
8 Атомно-абсорбционный метод 5
9 Оформление результатов испытаний 8
10 Оформление протоколов испытаний 8

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения ртути

Feed phosphates. Methods for determination of mercury

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, и устанавливает визуально-колориметрический и атомно-абсорбционный методы определения массовой доли ртути в диапазоне от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $3 \cdot 10^{-5}$ %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.3.031 Система стандартов безопасности труда. Работы с ртутью. Требования безопасности

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 4658 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7298 Реактивы. Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 20288 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 24596.0—2015 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24596.1 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

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

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности — по ГОСТ 24596.0—2015 (раздел 7).

3.2 При работе со ртутью необходимо соблюдать общие правила техники безопасности по ГОСТ 12.3.031.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ 24596.0—2015 (разделы 5, 6) и следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- напряжение в сети . . . . . от 198 до 242 В;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 1) Гц.

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе обучения и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

7 Визуально-колориметрический метод

7.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желто-оранжевый цвет однозамещенного дитизоната ртути (II), экстракции его четыреххлористым углеродом и визуально-колориметрическом определении.

Примечание — Метод является качественным и применяется для контроля кормовых фосфатов по содержанию в них массовой доли ртути в тех случаях, когда не требуется определять ее точное численное значение, а достаточно установить, что массовая доля ртути ниже допустимого значения, регламентированного нормативными документами государства, принявшего настоящий стандарт.

7.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

7.2.1 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г и специального класса точности с пределами допускаемой погрешности не более ±0,0005 г.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

7.2.2 Воронки ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.
7.2.3 Воронки В -36 (56)-50 (80) ХС по ГОСТ 25336.
7.2.4 Секундомер или часы песочные на 2 мин.
7.2.5 Электроплита по ГОСТ 14919.
7.2.6 Холодильники ХШ-1-200-19/26 по ГОСТ 25336.
7.2.7 Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» и «красная лента.
7.2.8 Колбы мерные 1(2)—100(500,1000)—2 по ГОСТ 1770.
7.2.9 Колбы Кн—2—100—19/26 ТХС по ГОСТ 25336.
7.2.10 Цилиндры 1(2,3,4)—25(100,250,1000)—2 по ГОСТ 1770.
7.2.11 Кюветы с рабочим расстоянием 10 мм.
7.2.12 Пипетки градуированные 1(2,3,5)—1(1а,2,2а)—2—1(2,10) по ГОСТ 29227.
7.2.13 Емкости полиэтиленовые с завинчивающимися крышками.
7.2.14 Емкости из темного стекла с герметично закрывающимися крышками.
7.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
7.2.16 Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, х. ч.
7.2.17 Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298, ч.
7.2.18 Дитизон с содержанием основного вещества не менее 98 %.
7.2.19 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.
7.2.20 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., ρ = 1,828 г/см^3.
7.2.21 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.
7.2.22 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.
7.2.23 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.
7.2.24 Стандартный образец раствора соли ртути массовой концентрации 1 мг/см^3 с погрешностью аттестованного значения не более ±1 %.
7.2.25 Ртуть металлическая марки Р-1 по ГОСТ 4658.

Примечание — Допускается применение средств измерений с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже указанных.

7.3 Подготовка к проведению испытаний

7.3.1 Растворы реактивов хранят в стеклянных емкостях с притертыми пробками или в полиэтиленовых емкостях с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С—25 °С, если настоящим стандартом не установлены другие требования. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

7.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят небольшое количество дистиллированной воды, добавляют 153 см^3 азотной кислоты (см. 7.2.19), перемешивают и доводят объем в колбе водой до метки.

7.3.3 Приготовление раствора азотной кислоты с массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 100 см^3 азотной кислоты (см. 7.3.2), перемешивают и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

7.3.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ = = 10 моль/дм^3 (10 н)

К объему дистиллированной воды, равному 714 см^3, добавляют осторожно небольшими порциями по стеклянной палочке 286 см^3 концентрированной серной кислоты (см. 7.2.20).

Примечание — Раствор серной кислоты проверяют на присутствие ртути. Для этого 100 см^3 приготовленного раствора серной кислоты экстрагируют раствором дитизона Б (см. 7.3.10). Если ртуть обнаружена, о чем свидетельствует образование желто-оранжевой окраски органического слоя, то серную кислоту экстрагируют рабочим раствором дитизона до исчезновения желто-оранжевой окраски. После расслоения фаз дитизоновый слой сливают, а серную кислоту, очищенную от ртути, используют для анализа.

7.3.5 Приготовление раствора аммиака молярной концентрации $c(NH_4OH)$ = 0,015 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 2 см^3 аммиака (см. 7.2.21), объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

7.3.6 Приготовление раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 %

К 10 см^3 уксусной кислоты (см. 7.2.22) добавляют 90 см^3 дистиллированной воды.

7.3.7 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 1 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают азотнокислую ртуть (см. 7.2.23) массой (1,708 ± 0,001) г, растворяют в растворе азотной кислоты (см. 7.3.3) и доводят объем раствора до метки этой же кислотой.

При использовании металлической ртути (7.2.25) раствор ртути готовят следующим образом: ртуть массой (1,0000 ± 0,0005) г растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 20 % (см. 7.3.2) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. После растворения ртути объем доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 7.3.3) с массовой долей 2 %.

Содержание основного вещества в растворе ртути проверяют по ГОСТ 4520.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой емкости с завинчивающейся крышкой — не более 6 мес.

Примечание — Допускается использовать стандартный образец раствора ртути (см. 7.2.24).

7.3.8 Приготовление основного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ртути массовой концентрации 1 мг/см^3 (см. 7.3.7 или 7.2.24), объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой емкости — не более одной недели.

7.3.9 Приготовление рабочего раствора ртути массовой концентрации 0,5 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,5 см^3 основного раствора ртути (см. 7.3.8), объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

7.3.10 Приготовление раствора А — раствора дитизона массовой концентрации 0,1 мг/см^3 в четыреххлористом углероде

Дитизон массой (0,010 ± 0,001) г растворяют в 100 см^3 четыреххлористого углерода, тщательно перемешивают, фильтруют через фильтр «красная лента» в емкость из темного стекла с герметично закрывающейся крышкой и добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты (см. 7.3.4).

Раствор хранят в темном месте.

7.3.11 Приготовление раствора Б — раствора дитизона массовой концентрации 0,01 мг/см^3 в четыреххлористом углероде

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора А и доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом.

Раствор Б готовят в день его использования.

7.3.12 Приготовление раствора сравнения

7.3.12.1 Раствор сравнения готовят в затемненной комнате. В делительную воронку вместимостью 250 см^3 вносят 1 см^3 рабочего раствора ртути (см. 7.3.9), добавляют 100 см^3 раствора серной кислоты (см. 7.3.4) и несколько кристалликов сернокислого гидроксиламина.

Примечание — Рабочий раствор ртути (см. 7.3.9) массовой концентрации 0,5 мкг/см^3 используют для приготовления раствора сравнения при испытании кормовых фосфатов, для которых максимально допустимое значение, установленное нормативными документами государства, принявшего настоящий стандарт, составляет 0,5 мг/кг.

7.3.12.2 После растворения сернокислого гидроксиламина в воронку добавляют 5 см^3 раствора Б и хорошо встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться, чтобы произошло расслоение фаз. Органическая фаза (экстракт) должна быть окрашена в желто-оранжевый цвет. Если экстракт имеет зеленую окраску, его промывают порциями по 25 см^3 раствора аммиака (см. 7.3.5), для удаления свободного дитизона, пока окраска экстракта не станет желто-оранжевой. Затем к экстракту добавляют 10 см^3 раствора уксусной кислоты (см. 7.3.6) для укрепления окраски экстракта и встряхивают.

Оранжево-желтый раствор дитизоната ртути фильтруют через фильтр «красная лента» в сухую кювету.

7.4 Подготовка анализируемого раствора

Навеску пробы массой 5 г, взвешенную с точностью до третьего десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, вносят 50 см^3 раствора серной кислоты (см. 7.3.4) и кипятят на электроплитке в течение 30 мин с обратным холодильником. Полученный раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты (см. 7.3.4), перемешивают и фильтруют через фильтр «синяя лента» в делительную воронку, добавляют несколько кристалликов сернокислого гидроксиламина.

Далее анализируемый раствор готовят в условиях и с реактивами по 7.3.12.2.

7.5 Обработка результатов

Сравнивают интенсивность окраски анализируемого раствора и раствора сравнения.

Продукт считают соответствующим требованиям нормативного документа, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего ртуть в количестве, указанном в нормативном документе на анализируемый продукт.

8 Атомно-абсорбционный метод

8.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли ртути по интенсивности поглощения резонансного излучения ее атомов при длине волны 254 нм (способ холодного пара) на атомно-абсорбционном спектрофотометре после восстановления ионов ртути до элементного состояния хлоридом олова.

8.2 Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

8.2.1 Атомно-абсорбционный спектрофотометр с непламенным атомизатором, обеспечивающий измерение при длине волны 254 нм, с шириной щели монохроматора 0,2 мм и приставкой получения холодных паров ртути.

8.2.2 Холодильник типа ХСШ-5 по ГОСТ 25336.

8.2.3 Колбы мерные 1(2)—250(1000)—2 по ГОСТ 1770.

8.2.4 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 100—1000 мм^3, 1000—5000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

8.2.5 Цилиндры 1(2,3,4)—25(50,100,250)—2 по ГОСТ 1770.

8.2.6 Колбы Кн—2—50(100)—19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

8.2.7 Емкости полиэтиленовые с завинчивающимися крышками или стеклянные емкости с притертыми пробками.

8.2.8 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

8.2.9 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

8.2.10 Олова (II) хлорид 2-водный с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

8.2.11 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

8.2.12 Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

8.2.13 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

8.2.14 Ртуть металлическая марки Р-1 по ГОСТ 4658.

8.2.15 Стандартный образец раствора соли ртути массовой концентрации 1 мг/см^3 с погрешностью аттестованного значения не более ±1 %.

8.2.16 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

8.2.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.3 Подготовка к анализу

8.3.1 Растворы реактивов хранят в стеклянных емкостях с притертыми пробками или в полиэтиленовых емкостях с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С—25 °С, если настоящим стандартом не установлены другие требования. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

8.3.2 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации $c(1/5\ KMnO_4)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Марганцовокислый калий (см. 8.2.11) массой (3,1610 ± 0,0001) г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют около 100 см^3 воды и перемешивают до полного растворения. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.3 Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Двухромовокислый калий (см. 8.2.12) массой (4,9032 ± 0,0001) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют около 100 см^3 воды и перемешивают до полного растворения. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.4 Приготовление восстановителя — раствора хлорида олова с массовой долей 10 %

Хлорид олова (см. 8.2.10) массой (10,000 ± 0,001) г растворяют в 30 см^3 соляной кислоты (см. 8.2.16), прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

8.3.5 Приготовление царской водки

В колбе вместимостью 25 см^3 смешивают 10 см^3 концентрированной соляной кислоты (см. 8.2.16) и 15 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 8.2.9).

8.3.6 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 1 мг/см^3

Раствор готовят по 7.3.7.

8.3.7 Приготовление основного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/см^3

Раствор готовят по 7.3.8.

8.3.8 Приготовление рабочего раствора ртути массовой концентрации 0,5 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора калия двухромовокислого (8.3.3), 56 см^3 азотной кислоты (см. 8.2.9), 0,5 см^3 основного раствора ртути (см. 8.3.7), объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.9 Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью 250 см^3 с помощью дозатора вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 рабочего раствора ртути (см. 8.3.8), по 0,5 см^3 раствора калия марганцовокислого (см. 8.3.2), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы с массовой концентрацией ртути 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 мкг/см^3 фотометрируют в следующих условиях: длина волны 254 нм, ширина щели монохроматора 0,2 мм, скорость отбора раствора-восстановителя (см. 8.3.4) 4,4 см^3/мин, скорость отбора анализируемой пробы 102—104 см^3/мин.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массовой концентрации ртути в мг/см^3, а по оси ординат — соответствующие им показания спектрофотометра.

Ежедневно перед проведением анализа градуировочный график проверяют по трем градуировочным растворам в том интервале, в котором проводятся испытания.

Градуировку признают стабильной, если отклонение найденной молярной концентрации ртути от заданного значения не превышает 5 %. В противном случае анализируют градуировочный раствор еще два раза. При повторных отклонениях, превышающих указанный норматив хотя бы один раз, градуировку проводят заново, начиная с приготовления нового раствора ртути массовой концентрации 1 мг/см^3 (см. 8.3.6).

8.3.10 Подготовка спектрофотометра к проведению измерений

Подготовку спектрофотометра к проведению измерений проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

8.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10 г, взвешенную с точностью до третьего десятичного знака, помещают в коническую колбу, добавляют 25 см^3 царской водки, закрывают обратным холодильником и кипятят в течение 30 мин. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см^3 (в зависимости от используемого прибора), добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (см. 8.3.2) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение **5** мин, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают, фильтруют через фильтр «белая лента» и фотометрируют в следующих условиях: длина волны 254 нм, ширина щели монохроматора 0,2 мм, скорость отбора раствора-восстановителя 4,4 см^3/мин, скорость отбора анализируемой пробы 102—104 см^3/мин.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю ртути X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация ртути в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора по 8.4 (100 или 250), см^3;

100 — коэффициент перевода в проценты;

m — масса навески пробы, г;

10^6 — коэффициент согласования единиц массы.

Вычисления проводят до седьмого десятичного знака с последующим округлением до шестого десятичного знака.

За результат испытаний массовой доли ртути в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, для которых выполняется условие повторяемости (см. 8.6.2).

8.5.2 Массовую долю ртути X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация ртути в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора по 8.4 (100 или 250), см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За результат испытаний массовой доли ртути в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, для которых выполняется условие повторяемости (см. 8.6.2).

8.6 Контроль точности результатов испытаний

8.6.1 Контроль точности результатов испытаний должен соответствовать ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на 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 при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование анализируемого продукта	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R	Граница абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95 \pm \Delta$
Кормовые фосфаты, вырабатываемые из фосфоритов Каратау	$6 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-5}$	$\pm 3 \cdot 10^{-6}$
Кормовые фосфаты, вырабатываемые из апатитового концентрата	$1,6 \cdot 10^{-6}$	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$\pm 9 \cdot 10^{-7}$

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески пробы.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

8.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных пробах в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 1.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

9 Оформление результатов испытаний

Результат испытаний по определению массовой доли ртути в пробе, вычисленный по формуле (1), представляют в виде ($X \pm \Delta$), %, где Δ — граница абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$, указанная в таблице 1.

10 Оформление протоколов испытаний

Результаты испытаний оформляют в виде протокола испытаний, который должен включать следующее:

- информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб;
- использованный метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;
- обстоятельства, которые могли повлиять на результат испытания;
- полученный результат испытания.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: фосфаты кормовые, массовая доля, ртуть, визуально-колориметрический метод, дитизон, раствор сравнения, атомно-абсорбционный метод, непламенная атомизация, фотометрирование

Редактор первиздания *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 10.08.2020. Подписано в печать 19.11.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru