МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.9— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения свинца

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по международной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 31 августа 2015 г. № 1215-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.9—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.9—81

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

© Стандартинформ, 2015

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 Требования к квалификации оператора 2
5 Условия проведения испытаний 2
6 Отбор и подготовка проб 2
7 Сущность метода 2
8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 2
9 Подготовка к испытанию 3
10 Проведение испытания 5
11 Обработка результатов 5
12 Контроль точности результатов испытаний 6
13 Оформление результатов испытаний 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения свинца

Feed phosphates. Method for determination of lead

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, и устанавливает полярографический метод определения массовой доли свинца в диапазоне измерений от 0,001 % до 0,01 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1027—67 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

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

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

ГОСТ 24596.1—2015 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24596.0 (раздел 7).

4 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.

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены 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;
- атмосферное давление . . . . . (97 ± 10) кПа.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

7 Сущность метода

Сущность метода заключается в извлечении свинца из навески пробы осаждением в щелочной среде или методом соосаждения хлористым кальцием, растворении осадка в соляной кислоте, полярографировании полученного раствора, определении массы свинца по предварительно построенному градуировочному графику при наличии фонового вещества или с использованием раствора сравнения при его отсутствии.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Полярограф, обеспечивающий возможность работы в режиме переменного тока в области потенциалов от минус 1,0 до минус 0,2 В, с автоматической записью полярограмм.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» и «белая лента».

Колбы мерные 1(2)—50(100, 250, 500)—2 по ГОСТ 1770.

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

Колбы с тубусом 1(2)—250(500) по ГОСТ 25336.

Насос вакуумный.

Пипетки градуированные 1(2)—1(1а, 2, 2а)—1—5(10, 25) по ГОСТ 29227.

Стаканы В(Н)—1(2)—250 ТХС по ГОСТ 25336.
Стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147.
Воронки Бюхнера 3(4) по ГОСТ 9147.
Палочки стеклянные.
Бумага индикаторная универсальная или лакмусовая.
Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293 или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157.
Кислота аскорбиновая пищевая с содержанием сухого вещества не менее 99 %.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,17—1,19 г/см^3, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293.
Свинец уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 1027.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.
Кальций хлористый по ГОСТ 450, кальцинированный высшего сорта.
Фоновое вещество, имеющее состав, аналогичный с анализируемым продуктом.

Примечание — Фоновое вещество (кормовой фосфат) ранее исследованный, в котором отсутствует свинец.

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

9 Подготовка к испытанию

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

9.2 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 150—200 см^3 дистиллированной воды, добавляют 235 см^3 соляной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

9.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %

В фарфоровом стакане растворяют небольшими порциями 80,0 г гидроокиси натрия в 120 см^3 дистиллированной воды при перемешивании.

После охлаждения раствор переливают в полиэтиленовую емкость.

9.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 %

5,00 г гидроокиси натрия растворяют в 95,0 см^3 дистиллированной воды или 12,5 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 % (см. 9.3) разводят дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки.

9.5 Приготовление раствора хлористого кальция с массовой долей 30 %

30,00 г хлористого кальция растворяют в 70,0 см^3 дистиллированной воды.

9.6 Приготовление основного раствора уксуснокислого свинца массовой концентрации 1 мг/см^3

Основной раствор уксуснокислого свинца готовят по ГОСТ 4212 (подраздел 3.1).

9.7 Приготовление рабочего раствора уксуснокислого свинца массовой концентрации 0,05 мг/см^3

5 см^3 основного раствора уксуснокислого свинца (см. 9.6) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 24 ч.

9.8 Приготовление градуировочных растворов

9.8.1 В пять стаканов вместимостью 250 см^3 каждый вносят по 5,0 г фонового вещества и рабочий раствор уксуснокислого свинца (см. 9.7) в соответствии с таблицей 1. Далее приготовление градуировочных растворов проводят по 9.8.1.1 или по 9.8.1.2.

Таблица 1

Массовая доля свинца в кормовых фосфатах, %	Объем рабочего раствора уксуснокислого свинца для приготовления градуировочного раствора, $см^3$	Масса свинца в объеме рабочего раствора уксуснокислого свинца, мкг
От 0,001 до 0,005 включ.	1 2 4 6 8	50 100 200 300 400
Св. 0,005 до 0,010 включ.	4 6 8 10 12	200 300 400 500 600

9.8.1.1 Приготовление градуировочных растворов при извлечении свинца в щелочной среде

В стаканы добавляют по 50 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 9.2) и кипятят в течение 3—5 мин. Растворы нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 40 % (см. 9.3) до 7 ед. pH.

pH растворов контролируют по универсальной индикаторной или лакмусовой бумаге, кусочки которой бросают в раствор. Затем в стаканы добавляют по 75 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 % (см. 9.4), вновь кипятят в течение 3—5 мин и фильтруют в колбы с тубусом через фильтр «синяя лента» на воронке Бюхнера под вакуумом.

Осадки промывают 100—150 $см^3$ горячей дистиллированной воды, вместе с фильтрами переносят в стаканы, в которых проводилось осаждение, смывая остатки осадков с воронки 15 $см^3$ раствора соляной кислоты и 30 $см^3$ дистиллированной воды, и добавляют около 0,1 г желатина. Содержимое стаканов кипятят в течение 3—5 мин при помешивании, а затем фильтруют через фильтр «белая лента» в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Фильтры промывают горячей дистиллированной водой. Объемы фильтратов после охлаждения доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.8.1.2 Приготовление градуировочных растворов при извлечении свинца соосаждением хлористым кальцием

В стаканы приливают по 50 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 9.2), кипятят в течение 3—5 мин, добавляют по 5 $см^3$ раствора хлористого кальция (см 9.5) и перемешивают. Затем растворы нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 40 % (см. 9.3) до 7 ед. pH.

pH растворов контролируют по универсальной индикаторной или лакмусовой бумаге, кусочки которой бросают в раствор. Затем в стаканы добавляют по 75 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 % (см. 9.4), кипятят в течение 3—5 мин и фильтруют под вакуумом в колбы с тубусом через фильтры «синяя лента» на воронках Бюхнера.

Осадки промывают 150—200 $см^3$ горячей дистиллированной воды и переносят в стаканы, в которых проводилось осаждение, смывая остатки осадков с воронок 15 $см^3$ раствора соляной кислоты и 30 $см^3$ дистиллированной воды, и добавляют около 0,1 г желатина. Содержимое стаканов кипятят в течение 3—5 мин при помешивании, а затем фильтруют через фильтры «белая лента» в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Фильтры промывают горячей дистиллированной водой. Объемы фильтратов после охлаждения доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.9 Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят одновременно с градуировочными растворами в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без внесения рабочего раствора уксуснокислого свинца.

9.10 Подготовка полярографа к проведению измерений

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

9.11 Проведение измерения массы свинца в градуировочных растворах

15—20 $см^3$ каждого градуировочного раствора поочередно вносят в полярографическую ячейку, туда же на кончике шпателя вносят 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты, продувают 3—4 мин азотом или аргоном и снимают полярограмму нормальную или дифференциальную в области потенциалов от минус 1,0 до минус 0,2 В. Определяют высоту волны полярограммы свинца с потенциалом полуволны от

минус 0,55 до минус 0,45 В (или высоту пика от минус 0,60 до минус 0,52 В) относительно электрода сравнения.

Измерение каждого градуировочного раствора проводят два раза. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений.

Измерение массы свинца в контрольном растворе проводят аналогично, используя вместо градуировочного раствора контрольный.

9.12 Построение градуировочного графика

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в градуировочных растворах массы свинца в микрограммах, по оси ординат — соответствующие им значения высот волн (пиков), за вычетом высоты пика волны (пика) контрольного раствора в миллиметрах.

10 Проведение испытания

10.1 Проведение испытания с помощью градуировочного графика

10.1.1 Приготовление анализируемого раствора

Навеску пробы массой от 5,0 до 5,2 г с записью результатов взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и смачивают дистиллированной водой.

Дальнейшее приготовление анализируемого раствора проводят по 9.8.1.1 или 9.8.1.2.

10.1.2 Проведение измерения анализируемого раствора

15—20 $см^3$ анализируемого раствора, приготовленного по 10.1.1, вносят в полярографическую ячейку, туда же на кончике шпателя вносят 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты, продувают 3—4 мин азотом или аргоном и снимают полярограмму нормальную или дифференциальную в области потенциалов от минус 1,0 до минус 0,2 В. Определяют высоту волны полярограммы свинца с потенциалом полуволны от минус 0,55 до минус 0,45 В (или высоту пика полярограммы свинца с потенциалом полуволны от минус 0,60 до минус 0,52 В) относительно электрода сравнения.

Массу свинца в анализируемом растворе находят по градуировочному графику относительно полученной высоты волны (пика) полярограммы (см. 9.12).

10.2 Проведение испытания с помощью раствора сравнения

10.2.1 Приготовление анализируемого раствора и раствора сравнения

В два стакана вместимостью по 250 $см^3$ вносят навески анализируемой пробы массой от 5,0 до 5,2 с записью результатов взвешивания до третьего десятичного знака.

В одном стакане готовят анализируемый раствор, в другом — раствор сравнения.

В стакан, в котором готовят раствор сравнения, приливают рабочий раствор уксуснокислого свинца (см. 9.7) в таком объеме, чтобы масса свинца в нем соответствовала массовой доле свинца, допускаемой нормативным документом на анализируемый продукт. Например, при допускаемой массовой доле свинца в продукте не более 0,002 % и массе навески 5,0 г добавляют 2 $см^3$ рабочего раствора уксуснокислого свинца, что соответствует 0,10 мг свинца.

Дальнейшее приготовление анализируемого раствора и раствора сравнения проводят по 9.8.1.1 или 9.8.1.2.

10.2.2 Проведение измерения

Измерение массы свинца в каждом полученном растворе проводят по 9.11, используя вместо градуировочных растворов растворы, приготовленные по 10.2.1.

Результат испытания считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если высота волны (пика) полярограммы анализируемого раствора будет не более высоты (пика) полярограммы раствора сравнения или разности между высотами волн (пиков) полярограмм растворов сравнения и анализируемого раствора. В противном случае испытание повторяют, начиная со взятия навески пробы.

11 Обработка результатов

11.1 При проведении измерений с использованием градуировочного графика массовую долю свинца в анализируемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где m_1 — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мкг;

100 — коэффициент пересчета в проценты;
m — масса навески пробы, г;
10^6 — коэффициент согласования единиц массы.

11.2 При проведении измерений с использованием раствора сравнения массовую долю свинца в анализируемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot m_1 \cdot 100}{(h_1 - h) \cdot m \cdot 10^6}, \quad (2)$$

где h — высота волны (пика) анализируемого раствора, мм;
m_1 — масса добавленного свинца, мкг;
100 — коэффициент пересчета в проценты;
h_1 — высота волны (пика) раствора сравнения, мм;
m — масса навески пробы, г;
10^6 — коэффициент согласования единиц массы.

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

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 12.1.

12 Контроль точности результатов испытаний

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

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной 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, указанного в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля свинцав кормовых фосфатах	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
От 0,001 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 до 0,01 включ.	0,003	0,006

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.

12.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух 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, указанного в таблице 2.

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 (раздел 5).

13 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют в виде протокола, 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: кормовые фосфаты, свинец, метод, щелочная среда, осаждение, соосаждение, фильтрование, растворение, выпаривание, раствор сравнения, градуировочный график, полярографирование

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 26.10.2015. Подписано в печать 16.11.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 36 экз. Зак. 3638.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru