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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.4— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения кальция

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2015 г. № 1213-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.4—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.4—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, 2016

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 Условия проведения испытаний 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Проведение испытания 2
7 Обработка результатов испытания 5
8 Контроль точности результатов испытаний 5
9 Оформление результатов испытаний 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения кальция

Feed phosphates. Method for determination of calcium

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает комплексонометрический метод определения кальция без предварительного отделения фосфатов в диапазоне измерений от 15 % до 40 %.

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 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. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

---

* 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 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. 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

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

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

4 Условия проведения испытаний

4.1 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 . . . . . от 0,08 до 0,1 МПа.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе обучения и уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

6 Проведение испытания

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в титровании ионов кальция 2-водной динатриевой солью этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилоном Б) с образованием малодиссоциированного комплексного соединения. Титрование проводят в присутствии фосфатов.

6.2 Средства измерения, 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.

Плитка электрическая с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Аппарат для встряхивания или магнитная мешалка.

Колбы мерные 1(2)–100(250, 500, 1000)–2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн–1(2)–500–34 ТХС, Кн–1(2)–250–16(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В(Н)–1(2)–250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2)–50(100, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)–1(1а, 2, 2а)–1–0,5(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Стекла часовые.

Шпатель.

Ступки и стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Воронки для фильтрования ВФ-2(3)-75(100) ХС по ГОСТ 25336.

Стеклянные емкости с притертыми пробками или полиэтиленовые емкости с завинчивающимися крышками.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, х. ч., или калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.

Кальцеин-индикатор ($C_{30}H_{26}N_2O_{13}$).

Тимолфталеин-индикатор.

Эриохром черный Т-индикатор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью не менее 1,40 г/см^3 или кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Кислота кальконкарбоновая (индикатор), ч. д. а., или смешанный индикатор (кальцеин-индикатор и тимолфталеин в соотношении 1:1 по объему).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.

Магния окись по ГОСТ 4526, х. ч. или ч. д. а.

Триэтаноламин или триэтаноламин гидрохлорид.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, ч. д. а.

Индикатор кислотный хромовый темно-синий.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Цинк в форме гранул.

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

6.3 Подготовка к выполнению испытаний

6.3.1 Отбор и подготовка проб кормовых фосфатов — по ГОСТ 24596.1.

6.3.2 Приготовление растворов

6.3.2.1 Растворы реактивов хранят в стеклянных емкостях с притертыми пробками или в полиэтиленовых емкостях с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С—25 °С длительное время, если настоящим стандартом не установлены другие требования.

Растворы индикаторов хранят при температуре 15 °С—25 °С длительное время в емкостях из темного стекла с притертыми пробками в местах, защищенных от света.

При длительном хранении растворов реактивов и индикаторов перед их применением следует убедиться в том, что внешний вид их не изменился. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

6.3.2.2 Приготовление кальцеин-индикатора ($C_{30}H_{26}N_2O_{13}$)

Кальцеин-индикатор готовят растиранием его в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100 по объему или по ГОСТ 4919.1 подраздел 3.4.

6.3.2.3 Приготовление кислотного хромового темно-синего индикатора

Кислотный хромовый темно-синий индикатор готовят растиранием его в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100 по объему или по ГОСТ 4919.1 подраздел 3.4.

6.3.2.4 Приготовление кальконкарбоновой кислоты (индикатора)

Кислоту кальконкарбоновую (индикатор) готовят растиранием ее в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100 по объему или по ГОСТ 4919.1 подраздел 3.4.

6.3.2.5 Приготовление смешанного индикатора (кальцеин-индикатор и тимолфталеин в соотношении 1:1 по объему)

Равные объемы кальцеин-индикатора и тимолфталеина растирают в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100 по объему или по ГОСТ 4919.1 подраздел 3.4.

6.3.2.6 Приготовление раствора окиси магния массовой концентрации 1 мг/см^3

Раствор окиси магния массовой концентрации 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212.

6.3.2.7 Приготовление раствора триэтаноламина

Раствор готовят в стакане или конической колбе вместимостью 250 см^3 путем смешивания триэтаноламина с дистиллированной водой в соотношении 1:3 по объему.

6.3.2.8 Приготовление раствора триэтаноламин гидрохлорида с массовой долей 25 %

(25,00 ± 0,01) г триэтаноламина гидрохлорида растворяют в 75 см^3 дистиллированной воды в стакане или конической колбе вместимостью 250 см^3.

6.3.2.9 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм^3

(9,300 ± 0,001) г соли динатриевой этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водной (трилона Б) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в 500—700 см^3 дистиллированной воды, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. Коэффициент молярности раствора трилона Б устанавливают по хлористому цинку по ГОСТ 10398 с применением цинка по индикатору эриохром черный Т.

6.3.2.10 Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 %

(20,00 ± 0,01) г сульфосалициловой кислоты растворяют в 80 см^3 дистиллированной воды в стакане или конической колбе вместимостью 250 см^3.

6.3.2.11 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, смешивают и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки.

6.3.2.12 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 (0,2 н раствор)

(12,60 ± 0,01) г азотной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют дистиллированной воды, перемешивают и доливают объем в колбе дистиллированной водой до метки.

6.3.2.13 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят примерно 100—200 см^3 дистиллированной воды и осторожно небольшими порциями при перемешивании приливают 263 см^3 соляной кислоты. Перемешивают и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки.

6.3.2.14 Приготовление раствора тимолфталеина (индикатора)

Раствор тимолфталеина (индикатора) готовят по ГОСТ 4919.1.

6.3.2.15 Приготовление раствора гидроокиси калия с массовой долей 20 %

(20,00 ± 0,01) г гидроокиси калия растворяют небольшими порциями при перемешивании в 80 см^3 дистиллированной воды в фарфоровом стакане. После охлаждения раствор переливают в полиэтиленовую емкость.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Навеску кормового фосфата массой 1 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака переносят в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают 10 см^3 дистиллированной воды и приливают 50 см^3 раствора соляной кислоты (см. 6.3.2.13) или раствора азотной кислоты (см. 6.3.2.11). Стакан накрывают часовым стеклом и кипятят раствор в течение 15—20 мин.

6.4.2 Раствор с осадком количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

6.4.3 Отбирают пипеткой 5 см^3 полученного фильтрата и помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см^3, доливают 95 см^3 воды, 2 см^3 раствора триэтаноламина (см. 6.3.2.7) или триэтаноламина гидрохлорида (см. 6.3.2.8), 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты (см. 4.3.2.10), 10 см^3 раствора гидроокиси калия (см. 6.3.2.15), на кончике шпателя добавляют кальцеин-индикатор (см. 6.3.2.2) или смешанный индикатор (см. 6.3.2.7) и титруют раствором трилона Б (см. 6.3.2.9) на черном фоне до изменения окраски от флюоресцирующей салатно-зеленой до розовой (при кальцеин-индикаторе) или фиолетовой (при смешанном индикаторе), не исчезающей при тщательном перемешивании на магнитной мешалке или вручную.

При титровании с кальконкарбоновой кислотой (см. 6.3.2.4) приливают 0,5 см^3 раствора окиси магния (см. 6.3.2.6) и титруют до изменения окраски от малиновой до синей.

Допускается в качестве индикатора использовать индикатор кислотный хромовый темно-синий (см. 6.3.2.3). В этом случае окраска изменяется от винно-красной до сине-фиолетовой.

При использовании кальконкарбоновой кислоты или индикатора кислотного хромового темно-синего сульфосалициловую кислоту не добавляют.

Одновременно проводят испытание контрольного раствора, в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

7 Обработка результатов испытания

7.1 Массовую долю кальция X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 250 \cdot 0{,}001 \cdot 100}{5 \cdot m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

250 — объем раствора с осадком по 6.4.2, см^3;

0,001 — масса кальция, соответствующая массе трилона Б, содержащаяся в 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации, точно равной 0,025 моль/дм^3, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

5 — объем фильтрата, взятый для испытания, см^3;

m — масса навески, г.

За окончательный результат принимают округленное до первого десятичного знака среднеарифметическое значение двух параллельных испытаний, выполненных в условиях повторяемости при P = 0,95, если выполняется условие приемлемости по 8.1.

8 Контроль точности результатов испытаний

8.1 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 1.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли кальция	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
От 15 до 40 включ.	0,5	1,0

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

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

8.2 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 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 (раздел 5).

9 Оформление результатов 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 испытаний.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: кормовые фосфаты, кальций, комплексонометрический метод, раствор, концентрация, массовая доля, индикаторы, титрование

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 30.10.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 40 экз. Зак. 3787.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru