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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.3— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения азота

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. № 1212-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.3—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.3—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 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 4
11 Обработка результатов 4
12 Контроль точности результатов испытаний 5
13 Оформление результатов испытаний 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения азота

Feed phosphates. Method for determination of nitrogen

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает хлораминовый метод определения массовой доли азота в диапазоне измерений от 10 % до 25 %.

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 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. 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 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. 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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

---

* 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 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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

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 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

7 Сущность метода

Сущность метода заключается в растворении навески пробы в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, окислении аммонийного азота хлорамином Б до элементарного азота в присутствии буферного раствора и йодометрическом титровании избытка хлорамина Б.

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.

Аппарат для встряхивания.

Колбы мерные 1(2)—100(500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1(2)—100(500)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1(2)-250-16(22) ТХС по ГОСТ 25336.

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

Бюретки 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Стекла часовые.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, ч.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч.
Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.
Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч.
Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83 г/см^3, ч.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.
Метиловый оранжевый (индикатор).
Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773, ч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.
Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.
хлорамин Б (бензолсульфохлорамид натрия) технический.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Фильтры обеззоленные «белая лента».
Емкости из темного стекла с притертыми крышками и полиэтиленовые с завинчивающимися крышками вместимостью 250 см^3, 1000 см^3.

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

9 Подготовка к испытанию

9.1 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 в местах, защищенных от света, или в емкости из темного стекла.

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.

9.2 Приготовление щелочного раствора йодистого калия

(20,0 ± 0,1) г йодистого калия растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3, добавляют 0,5 см^3 гидроокиси натрия, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 0,5 %

Раствор крахмала готовят по ГОСТ 4919.1.

9.4 Приготовление раствора метилового оранжевого с массовой долей 0,1 %

Раствор метилового оранжевого готовят по ГОСТ 4919.1.

9.5 Приготовление раствора серноватистокислого натрия $c(Na_2S_2O_2 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3

Раствор серноватистокислого натрия готовят по ГОСТ 25794.2.

Молярную концентрацию раствора серноватистокислого натрия $c(Na_2S_2O_2 \cdot 5H_2O)$, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c(Na_2S_2O_2 \cdot 5H_2O) = \frac{m \cdot 1000}{49{,}03 \cdot V}, \quad (1)$$

где m — масса навески двухромовокислого калия, г;
1000 — коэффициент согласования размерности единиц объема;
49,03 — молярная масса эквивалента $M(1/6\ K_2Cr_2O_7)$, г/моль;
V — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3.

9.6 Приготовление буферного раствора 6,7 ед. pH

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в дистиллированной воде 60,0 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, 30,0 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 100,0 г бромистого калия, взвешенных с записью результата до первого десятичного знака, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют.

9.7 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %

Смешивают соляную кислоту с дистиллированной водой в соотношении 1:1 по объему и разбавляют дистиллированной водой в 50 раз.

9.8 Приготовление раствора серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)$ = 6 моль/дм^3

В мерной колбе вместимосью 1000 см^3 осторожно смешивают 174 см^3 серной кислоты с небольшим количеством дистиллированной воды и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки.

9.9 Приготовление раствора гидроокиси натрия $c(NaOH)$ = 1 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в дистиллированной воде 40,00 г гидроокиси натрия и доводят дистиллированной водой объем в колбе до метки.

9.10 Приготовление раствора хлорамина Б с массовой долей 8,5 %

8,5 г хлорамина Б растворяют в 91,5 см^3 дистиллированной воды и фильтруют.

10 Проведение испытания

10.1 Приготовление анализируемого раствора

Навеску массой 1,0—1,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в 300 см^3 раствора соляной кислоты (см. 9.8) при перемешивании на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

10.2 Проведение анализа

10 см^3 анализируемого раствора, приготовленного по 10.1, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (см. 9.9) по метиловому оранжевому (см. 9.4), добавляют 10 см^3 буферного раствора (см. 9.6), перемешивают и по стенкам колбы пипеткой добавляют 5 см^3 раствора хлорамина Б (см. 9.10). Колбу закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

После этого в колбу приливают 3 см^3 раствора йодистого калия (см. 9.2) и 10 см^3 раствора серной кислоты (см. 9.8). Колбу закрывают притертой пробкой или часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 3—5 мин в темном месте. Затем колбу открывают, смывают возогнанный йод с пробки и внутренних стенок колбы небольшим количеством дистиллированной воды, присоединяют смыв к основному раствору, после чего титруют раствором серноватистокислого натрия (см. 9.5) до светло-желтой окраски. Затем добавляют около 1 см^3 раствора крахмала (см. 9.3) и продолжают титровать до обесцвечивания раствора. Первые порции раствора серноватистокислого натрия добавляют при осторожном перемешивании анализируемого раствора.

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

11 Обработка результатов

Массовую долю азота, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 % X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 500 \cdot 0{,}000467 \cdot 100}{m \cdot 10}, \qquad (2)$$

где V_2 — объем точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

V_1 — объем точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

500 — объем анализируемого раствора, приготовленный по 10.1, см^3;

0,000467 — масса азота, соответствующая массе серноватистокислого натрия, содержащегося в 1 см^3 раствора точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, г;

10 — объем анализируемого раствора, взятый для испытания (см. 10.2), см^3.

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

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости 12.1 настоящего стандарта.

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 1.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерений массовой доли азота, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
От 10 до 25 включ.	0,3	0,6

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

13 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: фосфаты кормовые, азот, соляная кислота, серная кислота, массовая доля, хлорами-новый метод, растворение, окисление, фильтрование, йодометрическое титрование

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 25.11.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 38 экз. Зак. 4050.

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

gost.e-ecolog.ru