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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.2— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения фосфора

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
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. № 1211-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.2—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.2—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 Условия проведения испытаний 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Извлечение фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 % 2
7 Фотометрический метод 4
8 Весовой магнезиальный метод 7
9 Контроль точности результатов испытаний 9
10 Оформление результатов испытаний 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения фосфора

Feed phosphates. Methods for determination of phosphorus

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает фотометрический и весовой магнезиальный методы определения массовой доли фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, в диапазоне измерений массовой доли фосфора в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) от 25 % до 60 %.

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 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

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

ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20851.2—75 Удобрения минеральные. Методы определения фосфатов

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 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) 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 Извлечение фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %

6.1 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.

Аппарат для встряхивания или магнитная мешалка.

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

Цилиндры мерные 1(2)—25-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(2)—500-2 по ГОСТ 1770.

Ступки фарфоровые с пестиком № 1 по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Сито с проволочной тканой сеткой с размером стороны ячейки 0,14 мм по ГОСТ 6613.

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

6.2 Подготовка к извлечению фосфора

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

Пробу трикальцийфосфата дополнительно растирают в ступке до прохождения через сито с сеткой с размером стороны ячейки 0,14 мм.

6.2.2 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.

6.3 Извлечение фосфора

Для кормовых фосфатов, не растворимых в воде, берут навеску в соответствии с таблицей 1 с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака и помещают в фарфоровую ступку. Смачивают 2—3 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 6.2.2), 1 мин тщательно растирают пестиком, добавляют еще 25 $см^3$ раствора соляной кислоты и снова растирают пестиком 1 мин. Раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. К остатку в ступке добавляют 25 $см^3$ раствора соляной кислоты, снова растирают пестиком 30 с и далее операцию растирания и декантации повторяют еще один раз. Остаток в ступке количественно переносят раствором соляной кислоты в ту же колбу, снимая частицы продукта, оставшиеся в ступке, на воронке и пестике фильтровальной бумагой, которую помещают в ту же колбу. Общее количество раствора соляной кислоты должно соответствовать таблице 1. Колбу закрывают пробкой и перемешивают содержимое на аппарате для встряхивания в течение 30 мин.

Для кормовых фосфатов, растворимых в воде, берут навеску с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака в соответствии с таблицей 1, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и растворяют в растворе соляной кислоты (см. 6.2.2) при перемешивании вручную или на аппарате для встряхивания. Содержимое колбы доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Таблица 1

Массовая доля фосфора в продукте в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5), %	Масса навески, г	Общий объем раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, $см^3$	Объем анализируемого раствора, $см^3$	Объем раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) для приготовления градуировочного раствора, $см^3$	Масса фосфора в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) в градуировочном растворе, мг
От 25 до 30 включ.	1,0	200	15	10	5,0
				14	7,0
				16	8,0
				18	9,0
Св. 30 до 40 включ.	1,0	200	10	10	5,0
				12	6,0
				14	7,0
				16	8,0
Св. 40 до 48 включ.	1,0	200	10	10	5,0
				16	8,0
				18	8,5
				19	9,0

Окончание таблицы 1

Массовая доля фосфора в продукте в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5), %	Масса навески, г	Общий объем раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, $см^3$	Объем анализируемого раствора, $см^3$	Объем раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) для приготовления градуировочного раствора, $см^3$	Масса фосфора в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) в градуировочном растворе, мг
Св. 48 до 60 включ.	1,5	300	5	10	5,0
				14	7,0
				16	8,0
				18	9,0

Полученные растворы анализируют методами, указанными в 7 и 8.

7 Фотометрический метод

7.1 Сущность метода

Метод основан на образовании желто-окрашенного фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности этого комплекса относительно раствора сравнения, содержащего известное количество фосфора.

7.2 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.

Фотоэлектроколориметр со светофильтром № 4 или спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 450 нм, с кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Шкаф сушильный электрический вентилируемый, обеспечивающий поддержание температуры от (100 ± 2) °С до (105 ± 2) °С.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ 24/10(34/12) или СН 34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Эксикатор но ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Плитка электрическая с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Аппарат для встряхивания или магнитная мешалка.

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

Стаканы В(Н)—1(2)—50(250) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2)—25(100, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—1—5 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1—1(2)—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

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

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

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

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а.

Фенолфталеин (индикатор).

Аммоний ванадиево-кислый мета по ГОСТ 9336, х. ч. или ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ *3765*, х. ч. или ч. д. а.

7.3 Подготовка к испытанию

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 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 их внешний вид не изменился. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

7.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты

Азотную кислоту разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1:2 по объему.

7.3.3 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.

7.3.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %

Раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

7.3.5 Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

Раствор фенолфталеина с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.3.6 Приготовление раствора мета ванадиево-кислого аммония с массовой долей 0,25 %

(2,50 ± 0,01) г мета ванадиево-кислого аммония растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ в 500 $см^3$ дистиллированной воды, нагретой примерно до 80 °С и приливают 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Раствор охлаждают, доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют.

7.3.7 Приготовление раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 5 %

(50,00 ± 0,01) г молибденовокислого аммония растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ в 500 $см^3$ дистиллированной воды, нагретой до 50 °С. Раствор охлаждают, доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют.

7.3.8 Приготовление реактива на фосфаты

Смешивают в стакане равные объемы растворов азотной кислоты (см. 7.3.2), мета ванадиево-кислого аммония (см. 7.3.6) и молибденовокислого аммония (см. 7.3.7) в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют.

7.3.9 Приготовление раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) массовой концентрации 0,5 мг/$см^3$

4—5 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают с записью результата до второго десятичного знака, помещают в бюкс, сушат в сушильном шкафу при 100 °С—105 °С в течение 2 ч и затем охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин.

Затем 0,9588 г высушенного однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ в 100—200 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3.10 Приготовление раствора сравнения (раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) массовой концентрации 0,05 мг/$см^3$)

100 $см^3$ раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) массовой концентрации 0,5 мг/$см^3$ (см 7.3.9) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

7.3.11 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы: в четыре мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ бюреткой вместимостью 25 $см^3$ вносят раствор пятиокиси фосфора (P_2O_5) массовой концентрации 0,5 мг/$см^3$ (см 7.3.9) в объемах приведенных в таблице 1. Объем раствора в каждой колбе доводят дистиллированной водой до 20 $см^3$, приливают по 25 $см^3$ реактива на фосфаты (см. 7.3.8), доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптические плотности или светопропускание градуировочных растворов относительно раствора сравнения (см. 7.3.10). Величины светопропускания пересчитывают на значения оптических плотностей. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. При работе на фотоэлектроколориметре используют светофильтр № 4, на спектрофотометре измерения проводят при длине волны 450 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в градуировочных растворах массы пятиокиси фосфора (P_2O_5) в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднеарифметическое значение оптической плотности результатов двух измерений каждого градуировочного раствора.

Градуировочный график строят одновременно с проведением испытания.

7.4 Проведение испытания

7.4.1 Определение массовой доли фосфора по градуировочному графику

Анализируемый раствор, приготовленный по 6.3, отбирают пипеткой в объеме приведенном в таблицей 1 и вносят в стакан вместимостью 50 см^3, приливают *2* см^3 раствора соляной кислоты (см. 7.3.3), 10 см^3 дистиллированной воды и кипятят в течение 10 мин.

Раствор охлаждают и нейтрализуют по фенолфталеину (см. 7.3.5) раствором гидроокиси натрия (см. 7.3.4), добавляя его по каплям до появления розовой окраски, приливают раствор соляной кислоты (см. 7.3.3) до исчезновения мути (около 0,5 см^3), а затем добавляют еще две капли раствора соляной кислоты. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до 20 см^3, добавляют 25 см^3 реактива на фосфаты (см. 7.3.8), доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки и перемешивают.

При анализе кормового диаммонийфосфата и динатрийфосфата допускается не проводить нейтрализацию раствором гидроокиси натрия.

7.4.2 Определение массовой доли фосфора расчетным способом

Раствор, полученный по 7.4.1, фотометрируют одновременно с двумя градуировочными растворами, наиболее близкими к нему по оптическим плотностям (с большей и меньшей оптической плотностью, чем у анализируемого раствора) и отличающимися друг от друга по массе фосфора в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) не более чем на 0,5 мг.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Вычисление массовой доли фосфора с применением градуировочного графика

7.5.1.1 Массовую долю фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{V \cdot m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора (P_2O_5), найденная по градуировочному графику, мг;

500 — общий объем анализируемого раствора, приготовленного по 6.3, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V — объем анализируемого раствора, взятый для испытания в соответствии с таблицей 1, см^3;

m — масса навески, г;

1000 — коэффициент согласования единиц массы.

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

$$X' = X \cdot 0{,}436, \quad (2)$$

где X — массовая доля фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5,), %;

0,436 — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси фосфора (P_2O_5) в массовую долю фосфора.

7.5.2 Вычисление массовой доли фосфора при определении ее расчетным способом

7.5.2.1 Массовую долю фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{V \cdot m \cdot 1000}, \quad (3)$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора (P_2O_5) в анализируемой пробе, вычисленная по формуле (4), мг;

500 — общий объем анализируемого раствора, приготовленного по 6.3, $см^3$;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V — объем анализируемого раствора, взятый для испытания в соответствии с таблицей 1, $см^3$;

m — масса навески, г;

1000 — коэффициент согласования единиц массы.

Массу пятиокиси фосфора (P_2O_5) в анализируемой пробе m_1, мг, вычисляют по формуле

$$m_1 = 0{,}5 \cdot V_1 + 0{,}5\,(V_2 - V_1)\,\frac{D - D_1}{D_2 - D_1}, \quad (4)$$

где 0,5 — массовая концентрация раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) (см. 7.3.9), $мг/см^3$;

V_1, V_2 — объемы раствора пятиокиси фосфора (P_2O_5) массовой концентрации 0,5 $мг/см^3$, взятые для приготовления градуировочных растворов, $см^3$;

D — оптическая плотность анализируемого раствора, ед. о. п.;

D_1, D_2 — оптические плотности градуировочных растворов, ед. о. п.

7.5.2.2 Массовую долю фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, X'_1, %, вычисляют по формуле

$$X'_1 = X_1 \cdot 0{,}436, \quad (5)$$

где X_1 — массовая доля фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5,), %;

0,436 — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси фосфора (P_2O_5) в массовую долю фосфора.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных испытаний, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 отвечают условиям приемлемости по 9.1.

Примечание — Допускается измерение оптической плотности анализируемого раствора проводить относительно раствора сравнения массовой концентрации пятиокиси фосфора (P_2O_5) 0,01 $мг/см^3$ по ГОСТ 20851.2 (подразделы 8.1—8.3).

8 Весовой магнезиальный метод

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении массы осадка пирофосфата магния, полученного из прокаленного магнийаммонийфосфата, образованного при осаждении фосфат-ионов.

8.2 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.

Печь муфельная для аналитических работ с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры от (700 ± 2) °С до (1050 ± 2) °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Тигель фарфоровый № 3 или № 4 по ГОСТ 9147.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ 24/10(34/12) или СН 34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Аппарат для встряхивания или магнитная мешалка.

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

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

Стаканы В(Н)—1(2)—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2)—100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

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

Палочки стеклянные с резиновым наконечником.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный с массовой долей аммиака 25 % по ГОСТ 3760, х. ч. или ч. д. а.

Аммоний цитрат (аммоний лимоннокислый), ч. д. а. или ч.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч. или ч. д. а.
Кислота лимонная моногидрат или безводная по ГОСТ 3652, х. ч. или ч. д. а.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.
Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209, х. ч. или ч. д. а.
Метиловый красный (индикатор).
Фенолфталеин (индикатор).

8.3 Подготовка к испытанию

8.3.1 Требования к хранению растворов по 7.3.1.

8.3.2 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 10 %

Раствор аммиака с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

8.3.3 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 2,5 %

Раствор аммиака с массовой долей 10 % (см. 8.3.2) разводят дистиллированной водой в соотношении 1:4 по объему.

8.3.4 Приготовление раствора метилового красного с массовой долей 0,1 %

Раствор метилового красного с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

8.3.5 Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

Раствор фенолфталеин с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

8.3.6 Приготовление раствора лимоннокислого аммония с массовой долей 50 %

(500,00 ± 0,01) г моногидрата лимонной кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в 600 см^3 водного аммиака с массовой долей 25 %, нейтрального по метиловому красному (см. 8.3.4), объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют.

8.3.7 Приготовление магнезиальной щелочной смеси

(70,00 ± 0,01) г хлористого аммония и (55,00 ± 0,01) г хлористого магния растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в 600—650 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора в колбе доводят до метки водным аммиаком с массовой долей 25 %, перемешивают, выдерживают в течение 24 ч и фильтруют.

8.4 Проведение испытания

100 см^3 анализируемого раствора, приготовленного по 6.3, переносят в термостойкий стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и кипятят в течение 15—20 мин. Раствор охлаждают, приливают 10 см^3 раствора лимоннокислого аммония (см. 8.3.6) и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % (см. 8.3.2) по фенолфталеину (см. 8.3.5). Затем медленно при непрерывном помешивании стеклянной палочкой приливают 35 см^3 щелочной магнезиальной смеси (см. 8.3.7), а через 10—15 мин добавляют 20 см^3 водного аммиака с массовой долей 25 %. Содержимое стакана продолжают помешивать еще в течение 30 мин, а затем выдерживают 30—40 мин, или оставляют в покое на 4—18 ч.

Отстоявшуюся жидкость декантируют на фильтр «синяя лента», осадок количественно переносят на фильтр, смывая его из стакана раствором аммиака с массовой долей 2,5 % (см. 8.3.3) порциями по 8—10 см^3. Кристаллы, прилипшие к стенкам и дну стакана, тщательно снимают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза раствором аммиака с массовой долей 2,5 % (см. 8.3.3). Общее количество промывных вод должно составлять 100—125 см^3.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель, взвешенный в граммах до четвертого десятичного знака. Высушивают, озоляют при доступе воздуха при температуре 700 °С—800 °С и прокаливают в печи при температуре 1000 °С—1050 °С до побеления осадка (20—30 мин). Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин и взвешивают с записью результата в граммах до четвертого десятичного знака.

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

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 500 \cdot 0{,}638 \cdot 100}{100 \cdot m}, \quad (6)$$

где m_1 — масса прокаленного осадка анализируемого раствора, г;

m_2 — масса прокаленного осадка контрольного раствора, г;

500 — общий объем анализируемого раствора, приготовленного по 6.3, $см^3$;

0,638 — коэффициент пересчета пирофосфата магния ($Mg_2P_2O_7$) на пятиокись фосфора (P_2O_5);

100 — коэффициент пересчета в проценты;

100 — объем анализируемого раствора, взятый для испытания (см. 8.4), $см^3$;

m — масса навески, г.

8.5.2 Массовую долю фосфора, растворимого в растворе соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, X'_2, %, вычисляют по формуле

$$X'_2 = X_2 \cdot 0{,}436, \quad (7)$$

где X_2 — массовая доля фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5), %;

0,436 — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси фосфора (P_2O_5) в массовую долю фосфора.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных испытаний, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ отвечают условиям приемлемости по 9.1.

9 Контроль точности результатов испытаний

9.1 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

Наименование метода определения	Диапазон измерений массовой доли фосфора в пересчете на пятиокись фосфора (P_2O_5)	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
Фотометрический	От 25 до 50 включ.	0,4	0,8
	Св. 50 до 60 включ.	0,5	1,0
Весовой магнезиальный	От 25 до 40 включ.	0,3	0,6
	Св. 40 до 60 включ.	0,4	0,8

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.

9.2 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).

10 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, пятиокись фосфора, фосфор, дифференциальный фотометрический метод, весовой магнезиальный метод, фотоэлектроколориметр, спектрофотометр, оптическая плотность, раствор, массовая доля, градуировочный график, концентрация, пирофосфат магния, фосфат-ионы, фосфорно-ванадиево-молибденовый комплекс

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 30.10.2015. Подписано в печать 16.11.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 40 экз. Зак. 3631.

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

gost.e-ecolog.ru