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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.11— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения кадмия

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 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2015 г. № 1274-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.11—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.11—96

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 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 5
12 Контроль точности результатов испытаний 5
13 Оформление результатов испытаний 6
14 Оформление протоколов испытаний 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения кадмия

Feed phosphates. Method for determination of cadmium

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 кадмия в диапазоне измерений от $1 \cdot 10^{-6}$ % до $4 \cdot 10^{-5}$ %.

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 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 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4456—75 Реактивы. Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. 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 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

* В 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 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

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 . . . . . (97 ± 10) кПа.

5 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.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

7 Сущность метода

Сущность метода заключается в предварительном осаждении кадмия в щелочной среде в присутствии солей кальция, последующем растворении осадка в соляной кислоте и полярографировании полученного раствора.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

Баня водяная с регулируемой температурой.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Колбы мерные 1(2)—10(50, 100, 250, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

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

Цилиндры мерные 1(2)—25(50, 75)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-250-16(22) ТХС по ГОСТ 25336.
Стаканы В(Н) — 1(2)—250 ТХС по ГОСТ 25336.
Воронка Бюхнера 3(4) по ГОСТ 9147.
Колбы с тубусом 1(2)-250(500) по ГОСТ 25336.
Стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147.
Насос вакуумный.
Палочка стеклянная.
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, х. ч., водный раствор в соотношении 1:1 по объему.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., водный раствор в соотношении 1:1 по объему.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293.
Кадмий металлический в форме палочек или гранул с массовой долей основного вещества не менее 99,96 %, или кадмий сернокислый по ГОСТ 4456, ч. д. а.
Кальций хлористый по ГОСТ 450, кальцинированный высшего сорта.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Примечание — 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 основного раствора сернокислого кадмия массовой концентрации 1 мг/см^3

При использовании сернокислого кадмия основной раствор готовят по ГОСТ 4212.

При использовании металлического кадмия основной раствор готовят следующим образом: 1 г металлического кадмия, взвешенного с записью результата до четвертого десятичного знака, растворяют в 20—25 см^3 водного раствора азотной кислоты в конической колбе вместимостью 250 см^3 при нагревании на водяной бане до температуры 70 °С—80 °С. Раствор выпаривают до объема 2—3 см^3, добавляют 15 см^3 водного раствора соляной кислоты и вновь выпаривают до объема 2—3 см^3. Выпаривание повторяют еще два раза до объема 2—3 см^3, каждый раз добавляя по 5 см^3 водного раствора соляной кислоты.

После естественного охлаждения приливают 50 см^3 водного раствора соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают.

9.3 Приготовление рабочего раствора сернокислого кадмия массовой концентрации 0,001 мг/см^3

1 см^3 основного раствора сернокислого кадмия (см. 9.2) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем 1 см^3 полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 10 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор готовят в день проведения испытания.

9.4 Приготовление раствора хлористого кальция с массовой долей 30 %

Хлористый кальций массой 30,00 г растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды.

9.5 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.

9.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 %

Гидроокись натрия массой 5,00 г растворяют в 95,0 см^3 дистиллированной воды или 12,5 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 % (см. 9.5), разводят дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки.

9.7 Подготовка полярографа к работе

Подготовку полярографа к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

10 Проведение испытания

10.1 Приготовление анализируемого раствора и раствора сравнения

В два стакана вместимостью по 250 см^3 вносят навески пробы массой 4—5 г с записью результатов взвешивания до третьего десятичного знака и смачивают небольшим количеством дистиллированной воды.

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

В стакан, в котором готовят раствор сравнения, добавляют такой объем рабочего раствора сернокислого кадмия (см. 9.3), чтобы масса кадмия в нем соответствовала массовой доле кадмия, допускаемой нормативным документом на анализируемый продукт.

Пример — При допускаемой массовой доле кадмия в продукте не более 0,4 мг/кг ($4 \cdot 10^{-5}$ %) и массе навески пробы 4 г в стакан вносят 1,6 см^3 рабочего раствора сернокислого кадмия, при массе навески 5 г — 2,0 см^3 рабочего раствора сернокислого кадмия.

Затем проводят осаждение кадмия. Для этого в каждый стакан приливают по 50 см^3 водного раствора соляной кислоты и кипятят в течение 5 мин. Если анализируемая проба не содержит кальция (например, динатрийфосфат или диаммонийфосфат), то добавляют по 5 см^3 раствора хлористого кальция (см. 9.4). Растворы нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 40 % (см. 9.5) до значения 7 ед. pH.

Значение pH растворов контролируют по универсальной индикаторной или лакмусовой бумаге, кусочки которой бросают в раствор. Затем добавляют по 75 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 % (см. 9.6) и кипятят на электроплитке в течение 3—5 мин. Растворы горячими фильтруют под вакуумом в колбы с тубусом через фильтры «синяя лента» на воронках Бюхнера.

Полученные осадки промывают 100—150 см^3 горячей дистиллированной воды. Осадки вместе с фильтрами переносят в стаканы, в которых проводилось осаждение, смывая остатки осадков с воронок последовательно 15 см^3 водного раствора соляной кислоты и 30 см^3 дистиллированной воды. В стаканы вносят по 0,01 г желатина, кипятят в течение 3—5 мин, перемешивая растворы стеклянной палочкой, затем фильтруют через фильтр «белая лента» в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Фильтры промывают горячей водой. Объем фильтратов после охлаждения доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

10.2 Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят одновременно с анализируемым в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без внесения навески пробы и рабочего раствора сернокислого кадмия.

10.3 Проведение измерения

15—20 см^3 раствора, полученного по 10.2 или 10.3, вносят в полярографическую ячейку, туда же на кончике шпателя вносят по 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты, продувают 3—4 мин азотом или аргоном и снимают полярограммы в переменно-токовом режиме в области потенциалов от минус 1,0 до минус 0,2 В на самой высокой чувствительности прибора. Определяют высоту волны полярограммы кадмия с потенциалом полуволн от минус 0,65 до минус 0,5 В (или высоту пика от минус 0,70 до минус 0,65 В) относительно электрода сравнения.

Полярограммы растворов снимают три раза и вычисляют среднеарифметическое значение высот волны (пика).

Из высоты волны (пика) анализируемого раствора и раствора сравнения вычитают высоту волны (пика) контрольного раствора, полученные значения высоты волны (пика) используют при вычислении массовой доли кадмия в формуле (1).

11 Обработка результатов

11.1 Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot 100}{(h_1 - h) \cdot m \cdot 10^3}, \quad (1)$$

где h — высота волны (пика) анализируемого раствора, мм;

$C_{ст}$ — массовая концентрация рабочего раствора кадмия, мг/см^3;

$V_{ст}$ — объем рабочего раствора кадмия, введенный в раствор сравнения, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

h_1 — высота волны (пика) раствора сравнения, мм;

m — масса навески пробы, г;

10^3 — коэффициент согласования единиц массы.

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

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

11.2 Массовую долю кадмия X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot C_{ст} \cdot V_{ст}}{(h_1 - h) \cdot m \cdot 10^{-3}}, \quad (2)$$

где h — высота волны (пика) анализируемого раствора, мм;

$C_{ст}$ — массовая концентрация рабочего раствора кадмия, мг/см^3;

$V_{ст}$ — объем рабочего раствора кадмия, введенный в раствор сравнения, см^3;

h_1 — высота волны (пика) раствора сравнения, мм;

m — масса навески пробы, г;

10^{-3} — коэффициент согласования единиц массы.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго 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 1.

Таблица 1 — В процентах

Массовая доля кадмия в кормовых фосфатах	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R	Граница абсолютной погрешности измерений Δ при доверительной вероятности P = 0,95
От $1 \cdot 10^{-6}$ до $4 \cdot 10^{-5}$ включ.	$1{,}6 \cdot 10^{-6}$	$3{,}2 \cdot 10^{-6}$	$\pm 8 \cdot 10^{-6}$

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 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

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

14 Оформление протоколов испытаний

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

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

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: кормовые фосфаты, кадмий, массовая доля, основной раствор, рабочий раствор, раствор сравнения, осаждение, фильтрование, растворение, выпаривание, полярографирование

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 21.10.2015. Подписано в печать 10.11.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 41 экз. Зак. 3547.

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

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

gost.e-ecolog.ru