МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
24596.12—
2015**

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения золы, не растворимой в соляной кислоте

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 967-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.12—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.12—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, 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 Термины и определения 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Условия проведения испытаний 2
7 Отбор и подготовка проб 2
8 Сущность метода 2
9 Средства измерений, оборудование, материалы, реактивы и растворы, вспомогательные устройства 2
10 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 3$ моль/дм^3 3
11 Проведение испытания 3
12 Обработка результатов 4
13 Контроль точности результатов испытаний 4
14 Оформление результатов измерений 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения золы, не растворимой в соляной кислоте

Feed phosphates. Method for determination of ash insoluble in hydrochloric acid

Дата введения —2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает метод определения массовой доли золы, не растворимой в соляной кислоте, в диапазоне измерений от 0,1 % до 25,0 %.

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24596.0.

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 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 11293—89 Желатин. Технические условия

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

ГОСТ 15895—77 Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения**

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 29091—91 (ИСО 9012—88) Горелки ручные газовоздушные инжекторные. Технические требования и методы испытаний

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 по ежегодному информационному указателю

* 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».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) «Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения».

Издание официальное

«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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 15895, ГОСТ 24596.1, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **зола, не растворимая в соляной кислоте**: Часть сырой золы кормовых фосфатов, не растворимая в растворе соляной кислоты.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24596.0 (раздел 7).

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование, или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе обучения и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности измерений.

6 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.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

8 Сущность метода

Сущность метода заключается в обработке навески анализируемого продукта раствором соляной кислоты, нагревании, фильтровании горячего раствора, промывании полученного остатка горячей дистиллированной водой, сушке и прокаливании его до постоянной массы.

9 Средства измерений, оборудование, материалы, реактивы и растворы, вспомогательные устройства

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

Шкаф сушильный с рабочей температурой (160 ± 2,5) °С.

Баня водяная.

Тигли высокие 3(4) по ГОСТ 9147.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая поддержание температуры (800 ± 20) °С.

Электроплита по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 29091.

Эксикатор 1, 2-100(140) по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Палочки стеклянные.

Фильтры обеззоленные «белая лента».
Бумага индикаторная лакмусовая или универсальная.
Цилиндр мерный 1-100(500)-1 по ГОСТ 1770.
Колбы мерные 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.
Стаканы В(Н)—1(2)—250-ТХС по ГОСТ 25336.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,18—1,19 г/см^3, раствор молярной концентрации c(HCl) = 3 моль/дм^3.

Примечание — Допускается применение средств измерений и вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками.

10 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 3 моль/дм^3

Мерным цилиндром отмеряют 255 см^3 соляной кислоты плотностью 1,18—1,19 г/см^3 и осторожно вливают в мерную колбу с дистиллированной водой вместимостью 1000 см^3 . Объем раствора в колбе доводят до метки.

11 Проведение испытания

Взвешивают навеску анализируемого продукта массой в соответствии с таблицей 1 с записью результата до третьего десятичного знака (m_2) и переносят в стакан вместимостью 250 см^3. Отмеряют цилиндром 10 см^3 дистиллированной воды и смачивают навеску. В стакан добавляют раствор соляной кислоты и дистиллированную воду в соответствии с таблицей 1.

Примечание — Для трикальцийфосфата первого сорта добавляют 0,1 г желатина.

Содержимое стакана перемешивают, накрывают часовым стеклом и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин, время от времени перемешивая стеклянной палочкой. Горячий раствор фильтруют через фильтр и промывают осадок на фильтре несколько раз горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции (pH раствора определяют по индикаторной бумаге).

Примечание — Для ускорения можно использовать фильтрацию под вакуумом на воронке Бюхнера.

Таблица 1

Наименование продукта	Предполагаемая массовая доля золы, не растворимой в соляной кислоте, %	Масса навески анализируемой пробы, (m_2), г	Объем раствора соляной кислоты, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3
Нерастворимые в воде фосфаты кальция	От 0,10 « 1,00 включ.	10	100	—
Фосфаты аммония	Св. 1,00 « 10,00 «	5	5	95
Фосфаты кальция			70	30
Фосфаты кальция	« 10,00 « 25,00 «	2	50	50

Тигель для прокаливания помещают в муфельную печь, нагревают печь до (800 ± 20) °С, прокаливают тигель в течение 30 мин, переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают на весах с записью результата до третьего десятичного знака (m_1).

Фильтр с осадком помещают в подготовленный тигель, подсушивают в сушильном шкафу при температуре (160 ± 2,5) °С в течение 30—40 мин, обугливают фильтр на электроплитке, газовой горелке или на краю муфельной печи. Затем обугленный фильтр прокаливают в муфельной печи при температуре (800 ± 20) °С в течение 1,0—1,5 ч до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры в течение 1 ч и взвешивают на весах с записью результата до третьего десятичного знака (m_3).

12 Обработка результатов

Массовую долю золы, не растворимой в соляной кислоте X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_3 — масса тигля с золой, не растворимой в соляной кислоте, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса навески, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

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 13.1.

13 Контроль точности результатов испытаний

13.1 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, приведенного в таблице 2.

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.

Таблица 2 — Метрологические характеристики определения массовой доли золы, не растворимой в соляной кислоте

В процентах

Массовая доля золы, не растворимой в соляной кислоте	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
От 0,10 до 1,00 включ.	0,07	0,14
Св. 1,00 « 25,00 «	0,20	0,40

13.2 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, приведенного 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 по ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

14 Оформление результатов измерений

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 Л19

Ключевые слова: кормовые фосфаты, зола, не растворимая в соляной кислоте, сырая зола, нагревание, фильтрование, прокаливание

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60 ×84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 36 экз. Зак. 3850.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru