УДК 661.635:636.087:546.815.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения свинца

ГОСТ 24596.9—81

Feed phosphates.
Methods for determination of lead

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 0,001 до 0,01 % свинца, и устанавливает методы его определения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. ИЗВЛЕЧЕНИЕ СВИНЦА В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ

2.1. Реактивы и растворы

Воронка Бюхнера.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей соляной кислоты 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 5 и 40 %.

2.2. Проведение извлечения

Пробу анализируемого продукта, подготовленную по ГОСТ 24596.1, массой в соответствии с таблицей, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор нейтрализуют 40 %-ным раствором гидроокиси натрия (контроль по универсальной индикаторной бумаге, кусочки которой бросают в раствор), приливают 75 см^3 5 %-ного раствора гидроокиси натрия, вновь кипятят в течение 3—5 мин и фильтруют через фильтр «синяя лента» на воронке Бюхнера под вакуумом.

Осадок промывают 100—150 см^3 горячей воды, вместе с фильтром переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, смывая остатки осадка с воронки 15 см^3 раствора соляной кислоты и 30 см^3 воды и добавляют около 0,1 г желатина. Содержимое стакана кипятят в течение 3—5 мин при помешивании, а затем фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Фильтр промывают горячей водой. Фильтрат после охлаждения доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения свинца.

Массовая доля свинца в продукте, %	Способ извлечения свинца	Масса навески анализируемой пробы, г	Объем раствора, содержащего свинец, для построения градуировочного графика, см^3	
			Б	В
От 0,001 до 0,005	В щелочной среде или соосаждением хлористым кальцием	5,0—5,2	—	1; 2; 4; 6 и 8 (что соответствует 50; 100; 200; 300 и 400 мкг свинца)
Св. 0,005 до 0,01	То же	5,0—5,2	—	4; 6; 8; 10 и 12 (что соответствует 200; 300; 400; 500 и 600 мкг свинца)

gost.e-ecolog.ru

Продолжение таблицы

Массовая доля свинца в продукте, %	Способ извлечения свинца	Масса навески анализируемой пробы, г	Объем раствора, содержащего свинец, для построения градуировочного графика, $см^3$	
			Б	В
От 0,001 до 0,005	Поглощением анионитом	10,0—10,2	1; 2; 4; 6 и 8 (что соответствует 100; 200; 400; 600 и 800 мкг свинца)	—
Св. 0,005 до 0,01	То же	10,0—10,2	4; 6; 8; 10 и 12 (что соответствует 400; 600; 800; 1000 и 1200 мкг свинца)	—

Массу навески анализируемой пробы взвешивают и результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ИЗВЛЕЧЕНИЕ СВИНЦА СООСАЖДЕНИЕМ ХЛОРИСТЫМ КАЛЬЦИЕМ

3.1. Реактивы и растворы

Воронка Бюхнера.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей гидроокиси натрия 5 % и 40 %.

Кальций хлористый (обезвоженный) по ТУ 6—09—4711, ч., раствор с массовой долей 30 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей соляной кислоты 20 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Проведение извлечения

Пробу анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, массой в соответствии с таблицей, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, приливают 50 $см^3$ раствора соляной кислоты, кипятят в течение 3—5 мин, добавляют 5 $см^3$ раствора хлористого кальция и перемешивают. Затем раствор нейтрализуют 40 %-ным раствором гидроокиси натрия (контроль — по универсальной индикаторной бумаге, кусочки которой бросают в раствор), добавляют 75 $см^3$ 5 %-ного раствора гидроокиси натрия, кипятят в течение 3—5 мин и фильтруют через фильтр «синяя лента» на воронке Бюхнера под вакуумом.

Осадок промывают 150—200 $см^3$ горячей воды и переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, смывая остатки осадка с воронки 15 $см^3$ раствора соляной кислоты и 30 $см^3$ воды и добавляют около 0,1 г желатина. Содержимое стакана кипятят в течение 3—5 мин при помешивании, а затем фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Фильтр промывают горячей водой. Фильтрат после охлаждения доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 4. **(Исключен, Изм. № 1).**

5. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении полярографических кривых «сила тока — потенциал», форма которых зависит от концентрации свинца в растворе.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с автоматической записью полярограмм типа ППТ-1 или другой аналогичный.

Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293 или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157.

Кислота аскорбиновая пищевая.

Фоновое вещество — реактивная соль, имеющая состав, аналогичный с анализируемым продуктом (если анализируемый продукт имеет отклонения в составе, анализ проводят способом сравнения).

Раствор, содержащий 1 мг свинца в 1 $см^3$ (раствор А), готовят по ГОСТ 4212. Раствор,

содержащий 0,1 мг свинца в 1 см^3 (раствор Б), и раствор, содержащий 0,05 мг свинца в 1 см^3 (раствор В); готовят разбавлением раствора А. Раствор В годен в течение 24 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.3. Подготовка к анализу

5.3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения: в пять стаканов вместимостью 250 см^3 каждый вносят по 5,0 г фонового вещества (10,0 г фонового вещества — при выделении свинца поглощением анионитом) и пипеткой с делениями вместимостью 10 см^3 вносят растворы, содержащие свинец (Б или В), в соответствии с таблицей.

Далее анализ проводят через все операции по выделению свинца в конкретном продукте (пп. 2.2; 3.2 или 4.2).

15—20 см^3 каждого полученного раствора поочередно вносят в полярографическую ячейку, туда же на кончике шпателя вносят 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты, продувают 3—4 мин азотом или аргоном и снимают полярограмму нормальную или дифференциальную в области потенциалов от минус 0,2 до минус 1 В. Определяют высоту волны полярограммы свинца с потенциалом полуволны от минус 0,45 до минус 0,55 В (или высоту пика от минус 0,52 до минус 0,60 В) относительно хлорсеребряного или насыщенного каломельного электрода.

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

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в растворах сравнения массы свинца в микрограммах, на оси ординат — соответствующие им значения высот волн (пиков), за вычетом высоты волны (пика) контрольного раствора в миллиметрах.

Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4. Проведение анализа

5.4.1. Способ градуировочного графика

15—20 см^3 раствора, приготовленного по пп. 2.2; 3.2 или 4.2, вносят в полярографическую ячейку и далее анализ продолжают так же, как указано в п. 5.3.

5.4.2. Способ сравнения

В два стакана вместимостью 250 см^3 каждый вносят пробу анализируемого продукта, подготовленную по ГОСТ 24596.1, массой в соответствии с таблицей. В один стакан пипеткой с делениями вместимостью 10 см^3 приливают раствор Б или В в количестве, указанном в нормативно-технической документации на конкретный продукт — раствор сравнения.

Далее анализ проводят через все операции, которые выполняют при определении свинца в конкретном продукте (пп. 2.2; 3.2 или 4.2).

15—20 см^3 каждого полученного раствора поочередно вносят в полярографическую ячейку, туда же на кончике шпателя вносят 0,1—0,2 г аскорбиновой кислоты, продувают 3—4 мин азотом или аргоном и снимают полярограмму нормальную или дифференциальную в области потенциалов от минус 0,2 до минус 1 В. Определяют высоту волны полярограммы свинца с потенциалом полуволны от минус 0,45 до минус 0,55 В (или высоту пика от минус 0,52 до минус 0,60 В) относительно хлорсеребряного или насыщенного каломельного электрода.

5.5. Обработка результатов

5.5.1. Способ градуировочного графика

Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мкг.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

0,001 % — при массовой доле свинца от 0,001 до 0,005 %;

0,003 % — при массовой доле свинца свыше 0,005 до 0,01 %.

5.5.2. Способ сравнения

Массовую долю свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{h \cdot m_1 \cdot 100}{(h_1 - h) \cdot m \cdot 10^6},$$

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

h_1 — высота волны (пика) анализируемого раствора с введенным количеством свинца (раствором Б или В), мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса свинца, введенная в анализируемый раствор, мкг.

5.5.1, 5.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**.

5.5.3. Результат анализа считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если высота волны (пика) полярограммы анализируемого раствора будет не более высоты (пика) полярограммы раствора сравнения или разности между высотами волн (пиков) полярограмм растворов сравнения и анализируемого.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.02.81 № 706

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4212—76	5.2
ГОСТ 4328—77	2.1, 3.1
ГОСТ 9293—74	5.2
ГОСТ 10157—79	5.2
ГОСТ 11293—89	2.1
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.2, 3.2, 5.4.2
ТУ 6—09—4711—81	3.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1986 г., декабре 1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 24596.0—81 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа 1
ГОСТ 24596.1—81 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа 3
ГОСТ 24596.2—81 Фосфаты кормовые. Методы определения фосфора 5
ГОСТ 24596.3—81 Фосфаты кормовые. Методы определения азота 11
ГОСТ 24596.4—81 Фосфаты кормовые. Методы определения кальция 14
ГОСТ 24596.5—81 Фосфаты кормовые. Метод определения pH раствора или суспензии 17
ГОСТ 24596.6—81 Фосфаты кормовые. Методы определения воды 19
ГОСТ 24596.7—81 Фосфаты кормовые. Методы определения фтора 22
ГОСТ 24596.8—81 Фосфаты кормовые. Методы определения мышьяка 27
ГОСТ 24596.9—81 Фосфаты кормовые. Методы определения свинца 33

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 10.03.2004. Подписано в печать 08.04.2004. Усл.печ.л. 4,65. Уч.-изд.л. 3,60.
Тираж 200 экз. С 1726. Зак. 399.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru