УДК 661.635:636.087:546.41.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения кальция

ГОСТ 24596.4—81

Feed phosphates.
Methods for determination of calcium

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 15 до 40 % кальция, и устанавливает методы его определения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании ионов кальция 2-водной динатриевой солью этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилоном Б) с образованием малодиссоциированного комплексного соединения. Титрование проводят в присутствии фосфатов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Мешалка магнитная типа ММ-3М или другая аналогичная.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 или калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы с массовой долей гидроокиси калия 20 %.

Кальцеин-индикатор ($C_{30}H_{26}N_2O_{13}$) готовят растиранием его в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, плотностью не менее 1,40 г/см^3, раствор с массовой долей азотной кислоты 20 % и раствор c (HNO_3)=0,2 моль/дм^3 (0,2 н. раствор).

Тимолфталеин-индикатор.

Кислота кальконкарбоновая (индикатор) по ТУ 6—09—3930, ч.д.а. или смешанный индикатор (кальцеин и тимолфталеин в соотношении 1:1), готовят растиранием их в ступке с азотнокислым или хлористым калием в соотношении 1:100.

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

Магния окись по ГОСТ 4526, раствор, содержащий 1 мг MgO в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3, или триэтаноламин гидрохлорид, раствор с массовой долей триэтаноламина гидрохлорида 25 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор c (трилон Б)=0,025 моль/дм^3 (0,025 М раствор) растворяют 9,30 г в 500—700 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. Коэффициент молярности раствора трилона Б устанавливают по хлористому цинку по ГОСТ 10398 с применением цинка по ТУ 6—09—5294 по индикатору эриохром черному Т.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, ч.д.а., раствор с массовой долей сульфосалициловой кислоты 20 %.

gost.e-ecolog.ru

Кислотный хромовый темно-синий по ТУ 6—09—3870, готовят сухую смесь с азотнокислым или хлористым калием (1:100) растиранием в ступке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

1,0—1,1 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают 10 см^3 воды и приливают 50 см^3 раствора соляной или 20 %-ного раствора азотной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом, раствор кипятят в течение 15—20 мин. Затем раствор с осадком количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Раствор охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

5 см^3 полученного фильтрата отбирают пипеткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, доливают до 100 см^3 воды, 2 см^3 раствора триэтаноламина или триэтаноламина гидрохлорида, 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, 10 см^3 раствора гидроокиси калия, на кончике шпателя добавляют кальцеин или смешанный индикатор и титруют раствором трилона Б на черном фоне до изменения окраски от флюоресцирующей салатно-зеленой до розовой (кальцеин) или фиолетовой (смешанный индикатор), не исчезающей при тщательном перемешивании на магнитной мешалке или вручную.

При титровании с кальконкарбоновой кислотой приливают 0,5 см^3 раствора окиси магния и титруют до изменения окраски от малиновой до синей. Допускается в качестве индикатора использовать кислотный хромовый темно-синий. В этом случае окраска изменяется от винно-красной до сине-фиолетовой. При использовании кальконкарбоновой кислоты или кислотного хромового темно-синего сульфосалициловую кислоту не добавляют. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 250 \cdot 0{,}001 \cdot 100}{5 \cdot m},$$

где V — объем точно c (трилон Б) = 0,025 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем точно c (трилон Б) = 0,025 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

0,001 — масса кальция, соответствующая массе трилона Б, содержащаяся в 1 см^3 раствора концентрации точно c (трилон Б) = 0,025 моль/дм^3, г;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

Разд. 3. **(Исключен, Изм. № 2).**

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	2.2
ГОСТ 4212—76	2.2
ГОСТ 4217—77	2.2
ГОСТ 4234—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 4478—78	2.2
ГОСТ 4526—75	2.2
ГОСТ 10398—76	2.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 24363—80	2.2
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.3
ТУ 6—09—3870—75	2.2
ТУ 6—09—3930—75	2.2
ТУ 6—09—5294—86	2.2

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., декабре1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)**

gost.e-ecolog.ru