УДК 661.635:636.087:546.17.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения азота

ГОСТ 24596.3—81

Feed phosphates.
Methods for determination of nitrogen

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 10 до 25 % азота, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, и устанавливает методы его определения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. ИЗВЛЕЧЕНИЕ АЗОТА, РАСТВОРИМОГО В 0,4 %-ном РАСТВОРЕ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде типа АВУ-1 или другой аналогичный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей соляной кислоты 0,4 %; готовят по ГОСТ 4517.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Проведение анализа

Навеску анализируемого продукта массой 1,0—1,5 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, подготовленного по ГОСТ 24596.1, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и растворяют в 300 см^3 раствора соляной кислоты при перемешивании на аппарате для встряхивания в течение 30 мин.

Содержимое колбы доливают водой до метки, тщательно перемешивают, отбрасывая первые порции фильтрата.

Раствор используют для определения азота.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ХЛОРАМИНОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА

3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в окислении аммонийного азота хлорамином до элементарного азота в присутствии буферного раствора с pH 6,7. Избыток хлорамина определяют йодометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Реактивы и растворы

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, щелочной раствор йодистого калия готовят следующим образом: 20,0 г йодистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3, приливают 0,5 см^3 гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

gost.e-ecolog.ru

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ = 6 моль/дм^3 (6 н. раствор).

Крахмал растворимый, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 1 моль/дм^3.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) пятиводный по ГОСТ 27068, ч.д.а., раствор c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.2.

Молярную концентрацию тиосульфата натрия c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = моль/дм^3 вычисляют по формуле

$$c\,(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = \frac{m \cdot 1000}{49{,}03 \cdot V},$$

где m — масса навески бихромата калия, г;

49,03 — молярная масса эквивалента $M\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2C_7\right)$, г/моль;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Буферный раствор c pH 6,7; готовят следующим образом: 60,0 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, 30,0 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 100,0 г бромистого калия взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

Хлорамин Б технический, раствор с массовой долей 8,5 %. Отфильтрованный раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой.

3.3. Проведение анализа

10 см^3 раствора, приготовленного по п. 2.2, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по метиловому оранжевому, приливают 10 см^3 буферного раствора, перемешивают и по стенкам колбы пипеткой приливают 5 см^3 раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и оставляют стоять на 10 мин.

После этого в колбу приливают 3 см^3 раствора йодистого калия и 10 см^3 раствора серной кислоты. Колбу закрывают притертой пробкой или часовым стеклом и раствор выдерживают 3—5 мин в темном месте, небольшим количеством дистиллированной воды из промывалки смывают возогнанный йод с пробки и внутренних стенок колбы, присоединяют смыв к основному раствору, после чего титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, затем добавляют около 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора. Первые порции раствора тиосульфата натрия добавляют при осторожном перемешивании анализируемого раствора.

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

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Обработка результатов

Массовую долю азота, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 500 \cdot 0{,}000467 \cdot 100}{10 \cdot m},$$

где V_1 — объем точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,000467 — масса азота, соответствующая 1 см^3 точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 раствора, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 0,3 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 4. **(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	2.1
ГОСТ 4160—74	3.2
ГОСТ 4198—75	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4232—74	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4517—87	2.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2
ГОСТ 11773—76	3.2
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.2
ГОСТ 25794.2—83	3.2
ГОСТ 27068—86	3.2

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., декабре 1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)

gost.e-ecolog.ru