МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

Издание официальное

БЗ 9—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 83 «Фосфатные удобрения»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 31 июля 1997 г. № 271 межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.11—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения кадмия

Feed phosphates.
Method for determination of cadmium

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, с массовой долей кадмия не более $4 \cdot 10^{-5}$ %, и устанавливает метод его определения.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление 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 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная

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 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

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

ГОСТ 24596.0—81 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24596.1—81 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

4 ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ

4.1 Сущность метода

Метод основан на предварительном соосаждении кадмия в твердую фазу в щелочной среде в присутствии солей кальция, последующем растворении осадка в соляной кислоте и полярографировании полученного раствора.

Массовую долю кадмия определяют методом сравнения.

4.2 Аппаратура

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или другому Н Д.

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

Издание официальное

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.
Баллон стальной.
Редуктор с кислородным манометром.
Палочка стеклянная.
Бумага индикаторная лакмусовая или универсальная.

4.3 Реактивы

Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293 или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157.
Кислота аскорбиновая пищевая фармакопейная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,17—1,91 г/см^3, разбавленная 1:1, х.ч.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,4 г/см^3, разбавленная 1:1, х.ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293.
Кадмий металлический, ч.д.а., или кадмий сернокислый (3 $CdSO_4 \cdot 8\ H_2O$) готовят по ГОСТ 4212.
Кальций хлористый 2-водный, раствор массовой долей хлористого кальция 30 % или безводный.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., растворы массовой долей гидроокиси натрия 5 и 40 %.

4.4 Подготовка к анализу

4.4.1 *Приготовление стандартных растворов*

Стандартные растворы кадмия:

Раствор, содержащий 1 мг кадмия в 1 см^3, — раствор А, готовят по ГОСТ 4212 или растворением навески, равной 1,0000 г металлического кадмия, в конической колбе при нагревании на электрической плитке до 70—80 °С с 20—25 см^3 азотной кислоты, разбавленной водой в соотношении 1:1. Раствор выпаривают до небольшого объема (2—3 см^3), приливают 15 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают до объема, равного 2—3 см^3.

Выпаривание повторяют еще два раза, каждый раз с 5 см^3 соляной кислоты до объема 2—3 см^3. После естественного охлаждения приливают 50 см^3 соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Раствор, содержащий 0,001 мг кадмия в 1 см^3, — раствор Б, готовят разбавлением раствора А водой в соотношении 1:100 и последующим разбавлением полученного раствора в соотношении 1:10. Раствор Б готовят в день применения.

Примечание — Основное вещество в стандартном растворе кадмия определяют по ГОСТ 4456 и ГОСТ 10398.

4.5 Проведение анализа

Две навески анализируемого продукта, приготовленные по ГОСТ 24596.1, по 4—5 г каждая (для дикальцийфосфата из экстракционной фосфорной кислоты — 10 г), взвешенные с точностью до третьего десятичного знака, помещают в два стакана вместимостью 250 см^3, смачивают небольшим количеством воды.

К одной навеске добавляют такое количество стандартного раствора кадмия, чтобы создать концентрацию кадмия, соответствующую НТД на данный конкретный продукт, например:

норма кадмия $4 \cdot 10^{-5}$ %.

Навеска, г	Объем стандартного раствора кадмия (раствора Б), см^3
4	1,6
5	2,0

Затем в каждый стакан приливают по 50 см^3 раствора соляной кислоты и кипятят 5 мин. Если анализируемая проба не содержит кальция (динатрийфосфат, диаммонийфосфат), то добавляют 5 см^3 раствора хлористого кальция.

Раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей гидроокиси натрия 40 % (контроль по универсальной индикаторной бумаге, кусочки которой бросают в раствор), добавляют 75 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей гидроокиси натрия 5 %, кипятят на электрической плитке в течение 3—5 мин и горячим 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

велось осаждение, смывая остатки осадка с воронки 15 $см^3$ раствора соляной кислоты и 30 $см^3$ воды, прибавляют 0,02 г желатина, кипятят в течение 3—5 мин при перемешивании стеклянной палочкой, 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.

15—20 $см^3$ полученного раствора 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 в переменно-токовом режиме в области потенциалов от минус 0,2 В до минус 1 В на самой высокой чувствительности прибора. Определяют высоту волны полярограммы кадмия с потенциалом полуволн от минус 0,5 до минус 0,65 В (или высоту пика от минус 0,65 до минус 0,70 В) относительно хлорсеребряного или насыщенного каломельного электрода.

Полярограмму анализируемого раствора снимают не менее трех раз.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без раствора, содержащего кадмий. Если фон загрязнен кадмием, то высоту волны кадмия фона вычитают из высоты волны определяемого раствора.

4.6 Обработка результатов

Массовую долю кадмия X, %, вычисляют по формуле

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

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

h_1 — высота волны (пика) анализируемого раствора с введенным количеством кадмия (раствора Б), мм;

$C_{ст}$ — массовая концентрация стандартного раствора Б, мг/$см^3$, введенная в анализируемый раствор;

$V_{ст}$ — объем стандартного раствора Б, введенный в анализируемый раствор, $см^3$;

m — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $1{,}6 \cdot 10^{-5}$ %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0{,}8 \cdot 10^{-5}$ % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

УДК 661.635:636.087:543.06:006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: фосфаты кормовые, химический анализ, кадмий

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.11.97. Подписано в печать 21.01.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 213 экз. С1128. Зак. 832.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru