

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ****Методы определения азота****ГОСТ
24596.3—81**

Feed phosphates.

Methods for determination of nitrogen

МКС 65.120
ОКСТУ 2109Дата 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 см³ и растворяют в 300 см³ 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 см³, приливают 0,5 см³ гидрооксида натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

С. 2 ГОСТ 24596.3—81

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ моль/дм}^3$ (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 с $(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) пятиводный по ГОСТ 27068, ч.д.а., раствор с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, готовят по ГОСТ 25794.2.

Молярную концентрацию тиосульфата натрия $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \text{моль/дм}^3$ вычисляют по формуле

$$c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \frac{m \cdot 1000}{49,03 \cdot V},$$

где m — масса навески бихромата калия, г;

$49,03$ — молярная масса эквивалента $M (\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{C}_7)$, г/моль;

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

Буферный раствор с $\text{pH} 6,7$; 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 возгонянный 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 реагентов, 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 $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3 ;

V_2 — объем точно $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3 ;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,000467 — масса азота, соответствующая 1 см^3 точно $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ 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)