
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
24596.5—
2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения показателя
активности водородных ионов

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по международной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2015 г. № 1214-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.5—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.5—81

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Требования безопасности	2
5 Условия проведения испытаний	2
6 Требования к квалификации оператора	2
7 Проведение испытания	2
8 Контроль точности результатов испытаний	3
9 Оформление результатов испытаний	4

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Метод определения показателя активности водородных ионов

Feed phosphates.
Method for determination of hydrogen ions activity value

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает метод определения активности водородных ионов растворов или суспензий в диапазоне измерений от 0 до 14 ед. рН.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4919.2—77 Растворы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 15895—77** Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения

ГОСТ 24596.0—2015 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24596.1—2015 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) «Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения».

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 15895, ГОСТ 24596.1 и следующий термин с соответствующим определением:

3.1 активность водородных ионов: Величина (pH), характеризующая концентрацию ионов водорода в растворе или суспензии.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24596.0 (раздел 7).

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- напряжение в сети от 198 до 242 В;
- атмосферное давление от 0,08 до 0,1 МПа.

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе обучения и уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

7 Проведение испытания

7.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в электрометрическом измерении активности водородных ионов растворов или суспензий (для малорастворимых продуктов).

7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.

pH-метр или иономер со стеклянным и хлорсеребряным электродами (или комбинированным стеклянным электродом) с диапазоном измерений активности водородных ионов от 0 до 14 ед. pH и пределом допускаемой абсолютной погрешности измерения не более 0,05 ед. pH.

Плитка электрическая с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Аппарат для встряхивания.

Колбы мерные 1(2)—100(500)—2 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные с оплавленным концом длиной 150—200 мм, диаметром 3—4 мм.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498.

Стаканы В(Н)—1(2)—50(100) ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(2)—50(100)-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандарт-титры для приготовления буферных растворов 2-го разряда по ГОСТ 8.135.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

П р и м е ч а н и е — Допускается применение средств измерений и вспомогательных устройств с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не хуже указанных.

7.3 Подготовка к выполнению испытаний

7.3.1 Отбор и подготовка проб кормовых фосфатов — по ГОСТ 24596.1.

7.3.2 Проверка pH-метра

Проверку pH-метра проводят в соответствии с инструкцией по буферным растворам, приготовленным по ГОСТ 4919.2, или с использованием стандарт-титров для pH-метрии.

7.3.3 Хранение и подготовка электродов

Стекланный или комбинированный электрод хранят в дистиллированной воде, хлорсеребряный электрод сравнения — в насыщенном растворе хлористого калия.

Перед измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и снимают остатки воды фильтровальной бумагой.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 50 см³ дистиллированной воды и помещают навеску кормового диаммонийфосфата массой 1,3 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вносят 50 см³ дистиллированной воды и помещают навеску монокальцийфосфата, или дикальцийфосфата массой 1,2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

7.4.2 Содержимое колб перемешивают вручную с помощью стеклянной палочки и вращения колб или на аппарате для встряхивания в течение 1—2 мин. Объем в колбах доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

При применении pH-метра, не обеспеченного системой термокомпенсации, колбы нагревают на плитке, доводя температуру анализируемого раствора или суспензии до (20 ± 2) °С.

7.4.3 В чистый сухой стакан отбирают примерно 50 или 100 см³ полученного раствора или суспензии. Электроды иономера ополаскивают этим же раствором или суспензией и затем погружают концы электродов в стакан не менее чем на 15 мм и через 1—2 мин измеряют величину pH. Через 2—3 мин измерение повторяют.

За окончательный результат принимают округленное до первого десятичного знака среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 8.1.

8 Контроль точности результатов испытаний

8.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r , указанного в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

В единицах pH

Активность водородных ионов	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
От 0 до 14 включ.	0,2	0,4

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

8.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных пробах в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать предела воспроизводимости R , указанного в таблице 1.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

9 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют в виде протокола испытаний, который должен включать следующее:

- информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб;
- использованный метод анализа, со ссылкой на настоящий стандарт;
- обстоятельства, которые могли повлиять на результат испытания;
- полученный результат испытаний.

УДК 636.085.3:006.354

МКС 65.120

Ключевые слова: кормовые фосфаты, монокальцийфосфат, дикальцийфосфат, диаммонийфосфат, единицы рН, иономер, электроды, раствор, суспензия, активность водородных ионов

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 30.10.2015. Подписано в печать 10.02.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73. Тираж 40 экз. Зак. 3719.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru