УДК 661.635:636.087:546.16.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения фтора

ГОСТ 24596.7—81

Feed phosphates.
Methods for determination of flourine

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 0,025 до 0,3 % фтора, и устанавливает методы его определения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ФТОРА ИЗ КОРМОВЫХ ФОСФАТОВ ОТГОНКОЙ

2.1—2.1.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

2.2. Извлечение фтора отгонкой

2.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Прибор для отгонки фтора с паром (черт. 2). Допускается применять круглодонную коротко-горлую колбу *3* (черт. 2) по ГОСТ 19908 или любой другой конструкции при условии обеспечения контроля за температурой.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:2.

Песок кварцевый.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. Проведение извлечения

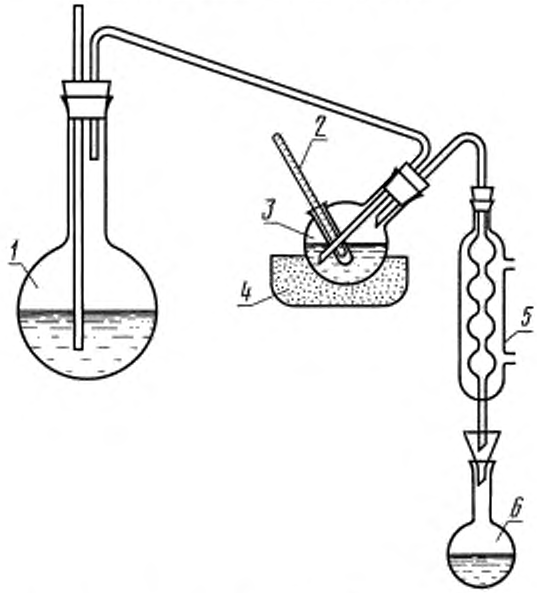
1,0—1,2 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1 (массовая доля фтора от 0,03 до 0,1 %), или 0,5—0,6 г анализируемого продукта (массовая доля фтора свыше 0,1 — до 0,3 %) взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в реакционную колбу прибора, содержащую около 1 г кварцевого песка, смачивают водой и приливают 50—60 $см^3$ раствора серной кислоты. Колбу закрывают резиновой пробкой с двумя стеклянными трубками, помещают ее в колбонагреватель, соединяют с холодильником и содержимое нагревают. Когда температура в реакционной колбе повысится до 120 °С, присоединяют парообразователь с кипящей водой, в который добавлено несколько капилляров для равномерного кипения. Обогрев содержимого реакционной колбы и количество подаваемого пара регулируют таким образом, чтобы температура находилась в пределах 130—135 °С. Отгонку ведут до накопления около 250 $см^3$ конденсата. Объем конденсата доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения фтора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru

Прибор для оттонки фтора с паром



1 — парообразователь — колба вместимостью 750—2000 см^3; *2* — термометр; *3* — реакционная круглодонная короткогорлая колба вместимостью 250 см^3 из термостойкого стекла или кварца с карманом для термометра; *4* — колбонагреватель, соединенный с реле; *5* — шариковый холодильник; *6* — приемник для конденсата — мерная колба вместимостью 250 см^3

Черт. 2*

3. РАЗЛОЖЕНИЕ КОРМОВЫХ ФОСФАТОВ РАСТВОРОМ СОЛЯНОЙ ИЛИ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1:3.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Проведение разложения

3.2.1. Разложение пробы раствором соляной кислоты с кипячением

1,0—1,2 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой и приливают 25 см^3 раствора соляной кислоты. Колбу закрывают пробкой с обратным холодильником и кипятят в течение 5—10 мин. Содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения фтора.

3.2.2. Разложение пробы раствором соляной или азотной кислоты без кипячения

1,0—1,2 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 25 см^3 раствора соляной или азотной кислоты, перемешивают в течение 1—2 мин, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Раствор используют для определения фтора.

3.2.1, 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

*Черт. 1. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФТОРА

4.1. Сущность метода

Метод основан на прямом измерении концентрации фтора в растворе с использованием фторидного селективного электрода после извлечения фтора отгонкой или без предварительного извлечения.

4.2. Определение фтора в растворе после извлечения его отгонкой или разложения пробы соляной или азотной кислотой

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр милливольтметр лабораторный типа pH-121 или другой аналогичный.

Электрод фторидный типа ЭФ-VI.

Электрод вспомогательный хлорсеребряный типа ЭВЛ-1М3 или другой аналогичный.

Мешалка магнитная типа ММ-3М или другая аналогичная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная.

Натрий фтористый, ос. ч., или по ГОСТ 4463, высушенный при температуре 100—105 °С до постоянной массы.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный 5,5-водный по ГОСТ 22280.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей гидроокиси натрия 4 и 40 %.

Буферный раствор, pH 6,0; готовят следующим образом: 58,5 г хлористого натрия растворяют в 600 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³. После полного растворения навески добавляют 102 г уксуснокислого натрия, 1 см³ уксусной кислоты и 15 г лимоннокислого натрия, раствор доливают водой до метки и перемешивают. Результаты взвешивания навесок записывают с точностью до первого десятичного знака. pH буферного раствора проверяют на pH-метре и при необходимости прибавляют уксусную кислоту или 40 %-ную гидроокись натрия.

Метиловый оранжевый — индикатор, готовят по ГОСТ 4919.1, или смешанный индикатор (диметиловый желтый и метиленовый голубой), готовят по ГОСТ 4919.1 смешиванием равных объемов 0,1 %-ных спиртовых растворов.

Растворы сравнения, исходный раствор c (NaF)=1 10^{-2} моль/дм³ ($1 \cdot 10^{-2}$ М раствор); готовят следующим образом: 0,210 г фтористого натрия взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в 200 см³ воды, добавляют 250 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают. Растворы сравнения объемом 500 см³ готовят разбавлением исходного раствора в соответствии с таблицей.

Исходные растворы и растворы сравнения хранят в течение 30 сут.

Молярная концентрация раствора сравнения, моль/дм³	Молярная концентрация исходного раствора, моль/дм³	Объем исходного раствора, см³	Объем буферного раствора, см³
$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-2}$	10	250
$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-2}$	5	250
$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$	100	200
$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	100	200
$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	50	225
$8 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-4}$	20	240
$5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-4}$	25	240

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2.2. Подготовка к анализу

4.2.2.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения: в четыре стакана вместимостью 50 или 100 см³ каждый вносят по 20—30 см³ раствора сравнения разной концентрации. Стаканы поочередно помещают на магнитную мешалку, погружают электроды и через 1—5 мин измеряют величину потенциала (при концентрации фтора менее $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ время перемеши-

вания следует увеличить до 10—15 мин). Перед погружением электродов в новый раствор их тщательно промывают водой и сушат фильтровальной бумагой.

По полученным данным строят градуировочный график на бумаге с полулогарифмической сеткой, откладывая на оси абсцисс молярные концентрации фтора в растворах сравнения в моль/дм^3, на оси ординат — соответствующие им значения величины потенциала в милливольтах.

Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Градуировочный график строят одновременно с проведением анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2.3. 25 см^3 раствора, полученного извлечением фтора отгонкой, отбирают пипеткой, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки буферным раствором и перемешивают. При определении фтора в растворе после разложения пробы раствором соляной или азотной кислоты, как указано в п. 3.2, отбирают пипеткой 5—10 см^3 раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, нейтрализуют 4 %-ным раствором гидроокиси натрия по смешанному индикатору или метиловому оранжевому до слабо-зеленой или желтой окраски соответственно, приливают 25 см^3 буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 50 или 100 см^3, помещают на магнитную мешалку, погружают электроды и измеряют потенциал, как указано в п. 4.2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2.4—4.3.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.3.4. Обработка результатов

Массовую долю фтора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c \cdot 50 \cdot 19 \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m \cdot 1000},$$

где c — молярная концентрация фтора, найденная по градуировочному графику, моль/дм^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

19—молярная масса эквивалента фтора.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

0,005 % — при массовой доле фтора от 0,01 до 0,05 %;

0,01 % — при массовой доле фтора от 0,025 до 0,1 %;

0,02 % — при массовой доле фтора свыше 0,1 до 0,3 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4—4.4.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

Разд. 5. **(Исключен, Изм. № 1).**

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 61—75	4.2.1
ГОСТ 199—78	4.2.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4204—77	2.2.1
ГОСТ 4233—77	4.2.1
ГОСТ 4328—77	4.2.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4463—76	4.2.1
ГОСТ 4919.1—77	4.2.1
ГОСТ 11125—84	3.1
ГОСТ 19908—90	2.2.1
ГОСТ 22280—76	4.2.1
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.2.2, 3.2.1, 3.2.2

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., декабре 1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)**

gost.e-ecolog.ru