УДК 661.635:636.087:546.18.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения фосфора

ГОСТ 24596.2—81

Feed phosphates.
Methods for determination of phosphorus

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 25 до 60 % фосфора (в пересчете на P_2O_5), 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 ФОСФОРА, 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, или магнитная мешалка.

Ступка и пестик фарфоровые № 1 по ГОСТ 9147.

Воронка фильтрующая по ГОСТ 25336.

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

2.2. Проведение извлечения

Пробу анализируемого продукта, подготовленную по ГОСТ 24596.1, массой, взятой в соответствии с таблицей, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в ступку, смачивают раствором соляной кислоты (2—3 $см^3$), 1 мин тщательно растирают пестиком, добавляют 25 $см^3$ соляной кислоты и снова растирают пестиком 1 мин. Раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. К остатку в ступке добавляют 25 $см^3$ соляной кислоты, снова растирают пестиком 30 с и далее операцию растирания и декантации еще раз повторяют. Остаток в ступке количественно переносят раствором соляной кислоты в ту же колбу, снимая оставшиеся в ступке, на воронке и пестике частицы продукта фильтровальной бумагой, которую помещают в ту же колбу. Общее количество раствора соляной кислоты должно соответствовать таблице. Колбу закрывают пробкой и перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Для продукта, растворимого в воде, анализируемую пробу массой в соответствии с таблицей помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и растворяют в растворе соляной кислоты при перемешивании вручную или на аппаратуре для встряхивания.

Содержимое колбы доливают водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Раствор используют для определения фосфора.

gost.e-ecolog.ru

Массовая доля фосфора (P_2O_5) в продукте, %	Масса навески анализируемой пробы, г	Общий объем раствора с массовой долей соляной кислоты 0,4 %, $см^3$	Объем анализируемого раствора, $см^3$	Объем раствора А для построения градуировочного графика, $см^3$	Масса фосфора (P_2O_5) в растворах сравнения, мг
От 25 до 30	1	200	15	10; 14; 16 и 18	5,0; 7,0; 8,0 и 9,0
Св. 30 » 40	1	200	10	10; 12; 14 и 16	5,0; 6,0; 7,0 и 8,0
» 40 » 48	1	200	10	10; 16; 18 и 19	5,0; 8,0; 8,5; 9,0 и 9,5
» 48 » 60	1,5	300	5	10; 14; 16 и 18	5,0; 7,0; 8,0 и 9,0

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтоокрашенного фосфорнованадиевомолибденового комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности этого комплекса относительно раствора сравнения, содержащего известное количество фосфора при длине волны от 430 до 450 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов КФК и ФЭК-56М (светофильтр № 4), спектрофотометр типа СФ-26 или аналогичные приборы, обеспечивающие необходимую точность измерения, с кюветами и толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

Шкаф сушильный типа ШС-40 М или другой аналогичный с погрешностью регулирования температуры ±2,5 °С.

Бюкса СВ диаметром 30—40 мм и высотой 50—65 мм и СН диаметром 32—68 мм и высотой 50 мм по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, плотностью не менее 1,40 г/$см^3$ и разбавленная 1:2.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10 %.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор с массовой долей мета ванадиевокислого аммония 0,25 %; готовят следующим образом: 2,5 г мета ванадиевокислого аммония взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в 500 $см^3$ горячей воды и приливают 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 $дм^3$, перемешивают и фильтруют.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей молибденовокислого аммония 5 %; готовят следующим образом: 50,0 г молибденовокислого аммония взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в 500 $см^3$ воды, нагретой примерно до 50 °С. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 $дм^3$, перемешивают и фильтруют.

Реактив на фосфаты; готовят следующим образом: смешивают разные объемы растворов азотной кислоты, разбавленной 1:2, мета ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют. Раствор хранят в бутыли из темного стекла или полиэтиленовой посуде.

Раствор, содержащий 0,5 мг пятиоксида фосфора в 1 $см^3$ (раствор А); готовят следующим образом: 4—5 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, помещают в бюксу, сушат в сушильном шкафу при 100—105 °С в течение 2 ч и затем охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин. 0,9588 г высушенного однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в воде в мерной колбе вмести-

мостью 1 дм³, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения: в четыре мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая бюреткой вместимостью 25 см³ вносят раствор А в соответствии с таблицей. Объем раствора в каждой колбе доводят водой до 20 см³, приливают по 25 см³ реактива на фосфаты, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптические плотности или светопропускание растворов сравнения относительно раствора сравнения, содержащего 5,0 мг пятиоксида фосфора в 100 см³ раствора. Величины светопропускания пересчитывают на значения оптических плотностей. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. При работе на фотоэлектроколориметре типа ФЭК-56М пользуются светофильтром № 4, на спектрофотометре измерения проводят при длине волны 450 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в растворах сравнения массы P_2O_5 в миллиграммах, на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

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

Градуировочный график строят одновременно с проведением анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Способ градуировочного графика

Раствор, приготовленный по п. 2.2, отбирают пипеткой в соответствии с таблицей, вносят в стакан вместимостью 50 см³ или в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора соляной кислоты, 10 см³ воды и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают для фосфатов кальция, нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия (добавляют по каплям) до появления розовой окраски, приливают раствор соляной кислоты до исчезновения мути (около 0,5 см³), а затем еще две капли избытка этой же кислоты. Содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ (если операция проводилась в мерной колбе, содержимое разбавляют водой до объема около 20 см³), добавляют 25 см³ реактива на фосфаты, доливают водой до метки и перемешивают — раствор 1.

Раствор фотометрируют так же, как указано в п. 3.3.

При анализе кормового диаммонийфосфата и кормового динатрийфосфата допускается не проводить операцию нейтрализации раствором гидроокиси натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. Расчетный способ

Раствор 1, полученный по п. 3.4.1, фотометрируют одновременно с двумя растворами сравнения, наиболее близкими к нему по оптическим плотностям (один — с большей, второй — с меньшей оптической плотностью, чем у анализируемого раствора) и отличающимися друг от друга по массе фосфора не более чем на 0,5 мг P_2O_5.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Способ градуировочного графика

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{V \cdot m \cdot 1000},$$

где V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса P_2O_5, найденная по градуировочному графику, мг.

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P (X') в процентах вычисляют по формуле

$$X' = X \cdot 0{,}436,$$

где X — массовая доля фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5, %;

0,436 — коэффициент пересчета P_2O_5 на P.

3.5.2. Расчетный способ

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5 (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{V \cdot m \cdot 1000},$$

где V — объем анализируемого раствора, $см^3$;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса P_2O_5 в анализируемой пробе, мг, вычисленная по формуле.

$$m_1 = 0{,}5 \cdot V_1 + 0{,}5\,(V_2 - V_1)\frac{D - D_1}{D_2 - D_1},$$

где 0,5 — массовая концентрация раствора А, $мг/см^3$;

V_1 и V_2 — объемы раствора А, взятые для приготовления растворов сравнения, $см^3$;

D — оптическая плотность анализируемого раствора;

D_1 и D_2 — оптические плотности растворов сравнения.

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P (X_1') в процентах вычисляют по формуле

$$X_1' = X_1 \cdot 0{,}436,$$

где X_1 — массовая доля фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5, %;

0,436 — коэффициент пересчета P_2O_5 на P.

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

0,4 % — при массовой доле P_2O_5 от 25 до 50 %;

0,5 % — при массовой доле P_2O_5 свыше 50 до 60 %.

Примечание. Допускается измерение оптической плотности анализируемого раствора проводить относительно раствора сравнения, содержащего 1,0 мг P_2O_5 в 100 $см^3$ по ГОСТ 20851.2, пп. 8.1—8.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ВЕСОВОЙ МАГНЕЗИАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

4.1. Сущность метода

Метод основан на определении массы осадка пирофосфата магния, полученного из прокаленного магнийаммонийфосфата, образованного при осаждении фосфат-иона.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь камерная для аналитических работ типа СНОЛ — 1, 6.2, 5.1, 0/11,0 или аналогичная.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Тигель фарфоровый № 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей аммиака 2,5, 10 и 25 %.

Аммоний цитрат (аммоний лимоннокислый) по ТУ 6—09—01—768, ч. д. а. и ч., раствор с массовой долей лимоннокислого аммония 50 % или готовят следующим образом: 500,0 г моногидрата лимонной кислоты растворяют в 600 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака (раствор должен быть нейтральным по метиловому красному), доливают водой до метки в колбе вместимостью 1 $дм^3$, перемешивают и фильтруют.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Кислота лимонная моногидрат или безводная по ГОСТ 3652.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209.

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

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Смесь магнезиальная щелочная; готовят следующим образом: 70,0 г хлористого аммония и 55,0 г хлористого магния растворяют в 600—650 $см^3$ воды, объем раствора доводят 25 %-ным раствором аммиака до метки в колбе вместимостью 1 $дм^3$, перемешивают и выдерживают в течение 24 ч, затем фильтруют.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение анализа

100 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 2.2, отбирают пипеткой, помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и кипятят в течение 15—20 мин. Раствор охлаждают, приливают 10 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют 10 %-ным раствором аммиака по фенолфталеину. Затем медленно при непрерывном помешивании палочкой приливают 35 $см^3$ щелочной магнезиальной смеси, а через 10—15 мин добавляют 20 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака. Содержимое стакана или продолжают перемешивать еще в течение 30 мин, а затем выдерживают 30—40 мин, или оставляют в покое от 4 до 18 ч. Отстоявшуюся жидкость декантируют на фильтр «синяя лента», осадок количественно переносят на фильтр, смывая его из стакана порциями по 8—10 $см^3$ 2,5 %-ного раствора аммиака. Кристаллы, прилипшие к стенкам и дну стакана, тщательно снимают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза 2,5 %-ным раствором аммиака. Общее количество промывных вод должно составлять 100—125 $см^3$.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель, высушивают, озоляют при доступе воздуха при 700—800 °С и прокаливают в печи при 1000—1050 °С до побеления осадка (20—30 мин). Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин и взвешивают.

Тигель с осадком и пустой взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

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

4.4. Обработка результатов

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 500 \cdot 0{,}638 \cdot 100}{100 \cdot m},$$

где m_1 — масса прокаленного осадка анализируемого раствора, г;

m_2 — масса прокаленного осадка контрольного раствора, г;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,638 — коэффициент пересчета $Mg_2P_2O_7$ на P_2O_5.

Массовую долю фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P (X_2') в процентах вычисляют по формуле

$$X_2' = X_2 \cdot 0{,}436,$$

где X_2 — массовая доля фосфора, растворимого в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, в пересчете на P_2O_5, %;

0,436 — коэффициент пересчета P_2O_5 на P.

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

0,3 % — при массовой доле P_2O_5 от 25 до 40 %;

0,4 % — при массовой доле P_2O_5 свыше 40 до 60 %.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, 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 3118—77	2.1, 3.2, 4.2
ГОСТ 3652—69	4.2
ГОСТ 3760—79	4.2
ГОСТ 3765—78	3.2
ГОСТ 3773—72	4.2
ГОСТ 4198—75	3.2
ГОСТ 4209—77	4.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 4517—87	2.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2, 4.2
ГОСТ 9147—80	2.1, 4.2
ГОСТ 9336—75	3.2
ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 20851.2—75	3.5.2
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.2
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.2, 4.2
ТУ 6—09—01—768—89	4.2

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