

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 фтора**Feed phosphates.
Methods for determination of flourine**ГОСТ
24596.7—81**МКС 65.120
ОКСТУ 2109Дата 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 короткогорлую 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.

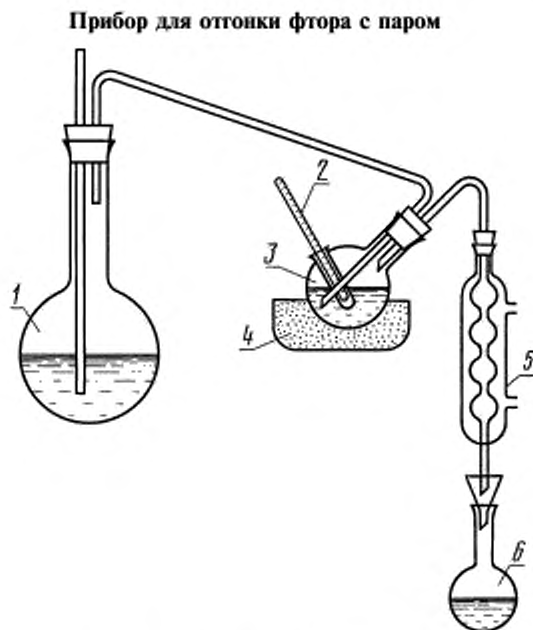
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 см³ 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 см³ конденсата. Объем конденсата доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения фтора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



1 — парообразователь — колба вместимостью 750—2000 см³; 2 — термометр; 3 — реакционная круглодонная короткогорлая колба вместимостью 250 см³ 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 см³

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 см³, смачивают водой и приливают 25 см³ 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 см³, 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 см³, приливают 25 см³ 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-1МЗ 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.

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

Растворы сравнения, исходный раствор $c(\text{NaF})=1 \cdot 10^{-2}$ 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/дм ³ | Молярная концентрация исходного раствора, моль/дм ³ | Объем исходного раствора, см ³ | Объем буферного раствора, см ³ |
|--|--|---|---|
| $2 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-2}$ | 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 перемешивания

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/дм³, на оси ординат — соответствующие им значения величины потенциала в милливольтках.

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 см³ раствора, полученного извлечением фтора отгонкой, отбирают пипеткой, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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 см³ раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют 4 %-ным раствором гидроокиси натрия по смешанному индикатору или метиловому оранжевому до слабо-зеленой или желтой окраски соответственно, приливают 25 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 50 или 100 см³, 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/дм³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

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)