

---

**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 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 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).

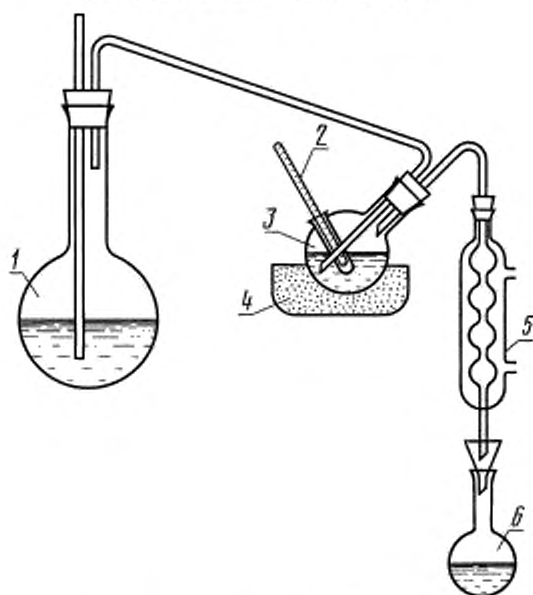
**2.2.2. Проведение извлечения**

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 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> конденсата. Объем конденсата доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения фтора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Прибор для отгонки фтора с паром



1 — парообразователь — колба вместимостью 750—2000 см<sup>3</sup>; 2 — термометр; 3 — реакционная круглодонная короткогорлая колба вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>, смачивают водой и приливают 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. После полного растворения навески добавляют 102 г уксуснокислого натрия, 1 см<sup>3</sup> 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 с (NaF)=1·10<sup>-2</sup> моль/дм<sup>3</sup> (1·10<sup>-2</sup> М раствор); готовят следующим образом: 0,210 г фтористого натрия взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, добавляют 250 см<sup>3</sup> буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают. Растворы сравнения объемом 500 см<sup>3</sup> готовят разбавлением исходного раствора в соответствии с таблицей.

Исходные растворы и растворы сравнения хранят в течение 30 сут.

| Молярная концентрация раствора сравнения, моль/дм <sup>3</sup> | Молярная концентрация исходного раствора, моль/дм <sup>3</sup> | Объем исходного раствора, см <sup>3</sup> | Объем буферного раствора, см <sup>3</sup> |
|----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------|
| 2·10 <sup>-4</sup>                                             | 1·10 <sup>-2</sup>                                             | 10                                        | 250                                       |
| 1·10 <sup>-4</sup>                                             | 1·10 <sup>-2</sup>                                             | 5                                         | 250                                       |
| 4·10 <sup>-5</sup>                                             | 2·10 <sup>-4</sup>                                             | 100                                       | 200                                       |
| 2·10 <sup>-5</sup>                                             | 1·10 <sup>-4</sup>                                             | 100                                       | 200                                       |
| 1·10 <sup>-5</sup>                                             | 1·10 <sup>-4</sup>                                             | 50                                        | 225                                       |
| 8·10 <sup>-6</sup>                                             | 2·10 <sup>-4</sup>                                             | 20                                        | 240                                       |
| 5·10 <sup>-6</sup>                                             | 1·10 <sup>-4</sup>                                             | 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 см<sup>3</sup> каждый вносят по 20—30 см<sup>3</sup> раствора сравнения разной концентрации. Стаканы поочередно помещают на магнитную мешалку, погружают электроды и через 1—5 мин измеряют величину потенциала (при концентрации фтора менее 1·10<sup>-4</sup> моль/дм<sup>3</sup> время перемешивания — 5 мин).

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<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора, полученного извлечением фтора отгонкой, отбирают пипеткой, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, нейтрализуют 4 %-ным раствором гидроокиси натрия по смешанному индикатору или метиловому оранжевому до слабо-зеленой или желтой окраски соответственно, приливают 25 см<sup>3</sup> буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор переливают в стакан вместимостью 50 или 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>;

$V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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)