

**Изменение № 5 ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия**  
**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 25.10.91 № 1652**

**Дата введения 01.07.92**

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.2 Таблица 1 Примечание исключить.

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3 Методы анализа»

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают шупом погружая его на 3/4 глубины единицы упаковки.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

3.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг. Среднюю пробу помещают в чистую сухую банку и плотно закрывают. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования и назначения продукта, номера пробы, даты отбора пробы.

3.2. Общие требования

3.2.1. При проведении анализов и приготовлении растворов используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, а также лабораторные весы общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—

—88.

*(Продолжение см. с. 84)*

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

3.2.2. Для проведения колориметрических измерений оптических плотностей растворов используют фотоэлектрические лабораторные колориметры типа КФК-2, спектрофотометры типа СФ-4А.

Допускается применение других приборов с аналогичными характеристиками.

3.2.3. При выполнении анализов используют лабораторное оборудование: шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151 или другой аналогичный;

универсальный иономер типа ЭВ-74 или другой аналогичный с погрешностью измерения не более 0,05 рН;

электрод фторидный ЭФ-V1 или другой аналогичной конструкции;

электрод стеклянный типа ЭСЛ-41ГО4 или ЭСЛ-11ГО4;

электрод хлорсеребряный типа ЭВЛ-1М3;

мешалка магнитная типа ММ-5 по ТУ 25—11.834—80 или другая аналогичная;

3.2.4. Для проведения анализов используют мерную химическую посуду не ниже 2 го класса точности;

бюретки исполнений 1—3 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25, 50 см<sup>3</sup>;

1000 см<sup>3</sup>;

мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>;

100 см<sup>3</sup>;

100 см<sup>3</sup>;

цилиндры исполнений 1—3 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 10, 25, 100 см<sup>3</sup>;

3.2.5. Для измерения температуры используют термометры с диапазоном действия от 0 до 150 °С по ГОСТ 28498—90,

(Продолжение см. с. 85)

### 33 Определение внешнего вида диаммонийфосфата

Внешний вид диаммонийфосфата определяют визуально

### 34. Определение массовой доли оксида фосфора (V)

#### 341 Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении оксида фосфора (V) в виде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известную массу оксида фосфора (V)

#### 342 Реактивы и растворы:

аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765—78,

аммоний ванадиевоокислый мета по ГОСТ 9336—75,

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72,

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х ч, высушенный при  $(100 \pm 5)$  °С до постоянной массы,

кислота азотная по ГОСТ 4461—77 плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 2

Молибденово ванадиевый реактив готовят следующим образом

50 г молибденовоокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, нагретой примерно до 50 °С. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают и фильтруют,

2,5 г метаванадиевоокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см<sup>3</sup> горячей воды, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>, раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают и фильтруют

Смешивают равные объемы растворов азотной кислоты, разбавленной 1 2, метаванадиевоокислого аммония и молибденовоокислого аммония в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют. Реактив устойчив в течение длительного времени

Раствор сравнения, 1 см<sup>3</sup> которого соответствует 0,25 мг оксида фосфора (V), готовят следующим образом. 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают

#### 343 Построение градуировочного графика

Готовят серию образцов для градуировки. Для этого в мерные колбы, вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая, с помощью бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 10, 14, 18, 22, 26, 30 см<sup>3</sup> раствора сравнения, что соответствует 2,5, 3,5, 4,5, 7,5 мг P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> молибденово ванадиевого реактива. Доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность образцов относительно раствора сравнения, содержащего 2,5 мг оксида фосфора (V) и 25 см<sup>3</sup> молибденово ванадиевого реактива

Измерение проводят в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм

При работе на фотоэлектроколориметре измерения проводят при длине волны 440 нм, при работе на спектрофотометре — при 450 нм

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы оксида фосфора (V) в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей. Градуировочный график проверяют ежедневно по трем основным точкам

#### 344 Проведение анализа

1 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. 5 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой приблизи-

тельно до 70 см<sup>3</sup>, прибавляют 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, как описано в п. 3.4.3, по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,5 мг Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> и 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива.

Массу оксида фосфора (V) в миллиграммах в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

#### 3.4.5. *Обработка результатов*

Массовую долю оксида фосфора (V), (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot m}$$

где  $m_1$  — масса оксида фосфора (V) в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Допускается определять массовую долю оксида фосфора (V) весовым магнетальным методом по ГОСТ 20851,2—75, п. 7, при этом для анализа отбирают 100 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.4.4.

### 35. *Определение массовой доли аммиака*

#### 35.1. *Формальдегидный метод*

##### 35.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на взаимодействии аммиачного азота с формальдегидом с образованием гексаметиленгетрамина и эквивалентной массы ортофосфорной кислоты, которую определяют титриметрическим методом.

##### 35.1.2. *Реактивы и растворы*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, приготовленная по ГОСТ 4517—87;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87;

формалин технический по ГОСТ 1625—89, нейтрализованный в присутствии фенолфталеина раствором  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> до появления слабо-розовой окраски;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919 1—77.

##### 35.1.3. *Проведение анализа*

Около 2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> формалина, 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски раствора.

##### 35.1.4. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,017 \cdot 100}{m}$$

где  $V$  — объем  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>;

0,017 — масса аммиака, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора, г;

$m$  — масса навески, г.

(Продолжение см. с. 87)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

3.5.2. Хлораминовый метод

3.5.2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении аммиачного азота хлорамином в присутствии фосфатного буферного раствора. Избыток хлорамина определяют иодометрически

3.5.2.2. Реактивы и растворы

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

калий иодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей иодистого калия 20 %, готовят следующим образом: 20 г иодистого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в воде, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и доводят водой до 100 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в темной склянке;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, х. ч.;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с  $(\frac{1}{2}\text{-H}_2\text{SO}_4)=6$  моль/дм<sup>3</sup>

(6 н. раствор);

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с  $(\text{HCl})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>;

крахмал растворимый, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

натрий фосфорнокислый двузамещенный кристаллический по ГОСТ 11773—76;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с  $(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) раствор с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н. раствор). Коэффициент молярности раствора тиосульфата натрия устанавливают по бихромату калия следующим образом: около 0,12 г бихромата калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Три навески помещают в конические колбы с притертыми пробками вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия и 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Колбы быстро закрывают пробками и выдерживают 10 мин в темном месте. После этого разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и титруют раствором тиосульфата натрия до желто-зеленой окраски, затем прибавляют около 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Коэффициент молярности (К) раствора тиосульфата натрия с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0,004903},$$

где  $m$  — масса навески бихромата калия, г;

0,004903 — масса бихромата калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно

$(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, г;

$V$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Фосфатный буферный раствор готовят следующим образом:

60 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, 30 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 100 г бромистого калия взвешивают, результаты взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды при перемешивании, фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

Хлорамин Т, раствор с  $(\frac{1}{2} \text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{N}(\text{Cl})\text{Na}\cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,6$  моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н. раствор) или хлорамин Б, раствор с  $(\frac{1}{2}\text{-C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{N}(\text{Cl})\text{Na}\cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,6$  моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н. раствор), готовят следующим образом: 85 г хлорамина взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, объем раствора доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

### 3.5.2.3. Проведение анализа

25 см<sup>3</sup> раствора, полученного по п. 3.4.4, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором соляной кислоты по метиловому оранжевому до перехода окраски раствора из желтого цвета в розовый, прибавляют 10 см<sup>3</sup> фосфатного раствора и перемешивают. Затем осторожно по стенке колбы пипеткой приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают раствор 10—15 мин.

После этого приливают 5 см<sup>3</sup> раствора нодистого калия, быстро прибавляют цилиндром 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, колбу немедленно закрывают пробкой и снова раствор выдерживают 5 мин в темном месте, после чего титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют около 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же объемом реактивов, прибавляют в указанной последовательности, но без анализируемого продукта.

### 3.5.2.4. Обработка результатов

Массовую долю аммиака ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,000567 \cdot K \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где  $V$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

0,000567 — масса аммиака, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора г;

$K$  — коэффициент молярности с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора;

$m$  — масса навески, г

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.5.3. Допускается определять массовую долю аммиака с применением реактива Несслера.

## 3.6. Определение массовой доли влаги

### 3.6.1. Проведение анализа

Около 5 г диаммонийфосфата помещают в стаканчик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянной массы, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску сушат в сушильном шкафу при температуре  $(60 \pm 5)$  °С, пока разница между последовательными взвешиваниями через 1 ч не будет превышать 0,3 %.

### 3.6.2. Обработка результатов

Массовую долю ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

(Продолжение см. с. 89)

где  $m_1$  — масса стаканчика с пробкой до высушивания, г;  
 $m_2$  — масса стаканчика с пробкой после высушивания, г;  
 $m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3.7. Определение массовой доли мышьяка

#### 3.7.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении мышьяка водородом и отделении его в виде летучего соединения мышьяковистого водорода с последующим взаимодействием его с хлорной ртутью, которой пропитана бумага.

Интенсивность окраски пятна анализируемой пробы визуально сравнивают со шкалой сравнения.

Определение проводят в сернистой среде по ГОСТ 10485—75, допускается применение аналогичных приборов для определения мышьяка.

#### 3.7.2. Проведение анализа

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят до метки водой, перемешивают. В колбу прибора для отгонки мышьяка помещают 5—10 см<sup>3</sup> полученного раствора, доводят до 30 см<sup>3</sup> водой, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова, 5 г цинка, быстро закрывают колбу пробкой с насадкой, на которую помещен кружок хлорно-ртутной бумаги, осторожно перемешивают содержимое колбы и оставляют на 1,5 ч.

По истечении указанного времени окраску хлорно-ртутной бумажки, полученной от анализируемого раствора, сравнивают с окраской хлорно-ртутных бумажек шкалы.

#### 3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю мышьяка ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса мышьяка, найденная по шкале сравнения, мг;

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

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 10485—75 с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb).

#### 3.8.1. Сущность метода

Метод основан на визуальном определении окрашенных сульфидов тяжелых металлов при использовании тиоацетамида, гидролизующегося до сероводорода в щелочной среде.

Определение проводят по ГОСТ 17319—75 тиоацетамидным методом.

#### 3.8.2. Проведение анализа

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора винно-кислого калия-натрия и далее анализ ведут по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,04 мг свинца и все реактивы.

### 3.9. Определение массовой доли фторидов

(Продолжение см. с. 90)

### 3.9.1. Сущность метода

Метод основан на прямом потенциометрическом измерении концентрации фтора с использованием фторидселективного электрода в присутствии ацетатно-буферного раствора.

### 3.9.2. Реактивы и растворы:

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей аммиака 25 %; аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78; буферный раствор с pH 5,7—5,9, готовят следующим образом: 231 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, добавляют 15 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят водой объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>. pH буферного раствора проверяют на pH-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов; вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72; кислота уксусная по ГОСТ 61—75; натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х. ч., высушенный при (100±5) °С до постоянной массы.

Раствор сравнения с (NaF) = 1·10<sup>-2</sup> моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 0,21 г фтористого натрия (взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, прибавляют 100 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения с (NaF) = 1·10<sup>-3</sup> моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 50 см<sup>3</sup> раствора с (NaF) = 1·10<sup>-2</sup> моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 90 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Подобным же последовательным разбавлением готовят растворы сравнения с (NaF) = 1·10<sup>-4</sup> моль/дм<sup>3</sup> и с (NaF) = 1·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор сравнения с (NaF) = 5·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 25 см<sup>3</sup> раствора с (NaF) = 1·10<sup>-3</sup> моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 95 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Растворы сравнения хранят в полиэтиленовой посуде;

соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей трилона Б 10 %; спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87; фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

### 3.9.3. Построение градуировочного графика

Прибор включают и настраивают согласно инструкции, прилагаемой к прибору предприятием-изготовителем. Процесс определения фторидного потенциала аналогичен определению pH. Фторидный электрод ставят на место стеклянного, нажимаю кнопку «mV» и кнопку диапазона измерений «-1÷4». 25—30 см<sup>3</sup> раствора сравнения с (NaF) = 1·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ставят на магнитную мешалку, фторидный и хлорсеребряный электроды погружают в раствор, прогревают прибор в течение 30 мин, затем включают магнитную мешалку и измеряют значение потенциала в милливольттах. Электроды извлекают из раствора, промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и измеряют последовательно потенциалы растворов сравнения с (NaF) = 5·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup>, с (NaF) = 1·10<sup>-4</sup> моль/дм<sup>3</sup> и с (NaF) = 1·10<sup>-3</sup> моль/дм<sup>3</sup>. Показания прибора записывают после установления равновесного потенциала через 3—5 мин.

По полученным результатам строят градуировочный график на полупрологарифмической бумаге, откладывая по оси ординат значения потенциалов в милливольттах, а по оси абсцисс — значения концентрации фтора, моль/дм<sup>3</sup>, в логарифмическом масштабе. Градуировочный график проверяют ежедневно. После измерения потенциала растворов сравнения электроды промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и снова погружают в раствор сравнения с (NaF) = 1·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup> и, когда равновесный потенциал этого раствора срав-

(Продолжение см. с. 91)



нения достигнет значения, ранее измеренного при построении градуировочного графика, приступают к измерению потенциала анализируемых растворов.

**3.9.4. Проведение анализа**

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором аммиака до устойчивой розовой окраски раствора. Через 2—3 мин прибавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и перемешивают раствор.

25—30 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в раствор погружают электроды, включают магнитную мешалку и через 3—5 мин измеряют потенциал в милливольтгах.

Молярную концентрацию фторидов в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

**3.9.5. Обработка результатов**

Массовую долю фторидов ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c \cdot 19 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m}$$

(Продолжение см. с. 92)

где  $c$  — молярная концентрация фторидов, найденная по градуировочному графику, моль/дм<sup>3</sup>;

$19$  — атомная масса фтора;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Пункт 4.1. Заменить ссылки: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Боятся сырости» на «Беречь от влаги»;

пятый абзац исключить,

пункт 4.5. Последний абзац изложить в новой редакции: «При укрупнении грузовых мест пакетирование упакованной продукции проводят в соответствии с ГОСТ 24597—81 и ГОСТ 26663—85».

(ИВС № 1 1992 г.)