24024.12-81

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

Внес изм. № 1 ИУС 2-87г

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

ГОСТ 24024.12—81
(СТ СЭВ 2524—80)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.631 : 546.226.06 : 006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Методы определения сульфатов

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds
Method of sulphate determination

ГОСТ 24024.12—81

(СТ СЭВ 2524—80)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1981 г. № 3191 срок действия ~~установлен~~ без ограничения (Пуск 8-91)
с 01.01. 1983 г.
~~до 01.01. 1988 г.~~
~~30.01.07 92г~~
~~пуск 2-87г~~

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает следующие методы определения сульфатов:

визуальный метод определения сульфатов в ортофосфатах с массовой долей не более 0,02% SO_4^{2-} и весовой метод определения сульфатов в ортофосфатах и конденсированных фосфатах с массовой долей от 0,02 до 4% SO_4^{2-}.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2524—80.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды продукции.

2. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании $BaSO_4$ в результате взаимодействия сульфатов с ионами бария и сравнении мутности анализируемого раствора с мутностью раствора сравнения.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Стаканы вместимостью 50; 100 см³.

Колбы мерные узкогорлые вместимостью 100; 1000 см³.

Пипетки вместимостью 5; 10; 20 см³.

Фильтр плотный.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., 37%-ный раствор.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, ч., 20%-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Сульфат, стандартный раствор, содержащий 0,01 мг SO_4^{2-} в 1 см³ раствора, готовят следующим образом: 0,1814 г K_2SO_4 растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

10 см³ полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

2.3. Проведение анализа

10 г анализируемой пробы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через плотный фильтр и в зависимости от массовой доли сульфатов в анализируемой пробе отбирают аликвотную часть фильтрата объемом от 2 до 20 см³ в стакан вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до 20 см³, добавляют 2 см³ соляной кислоты и 3 см³ раствора хлористого бария и перемешивают в течение 30 с.

Таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в зависимости от конкретного вида продукции от 4 до 15 см³ стандартного раствора сульфата, те же реактивы и в том же объеме, что и для анализируемой пробы.

Через 15 мин сравнивают интенсивность помутнения анализируемого раствора с интенсивностью помутнения раствора сравнения на темном фоне.

Помутнение анализируемого раствора должно быть не интенсивнее помутнения раствора сравнения.

3. ВЕСОВОЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении сульфатов хлористым барием в кислой среде и последующем взвешивании осадка.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба мерная узкогорлая вместимостью 500 см³.
Стаканы вместимостью 400; 600 см³.
Тигель фарфоровый.
Фильтры беззольные бумажные (синяя лента).
Пипетка вместимостью 50 см³.
Печь муфельная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., 37%-ный раствор.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, ч., 2%-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с $(AgNO_3) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н. раствор).
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При анализе фосфатов с массовой долей сульфатов в пересчете на SO_4^{2-} от 0,2 до 4% взвешивают 20 г анализируемой пробы с погрешностью не более 0,01 г, растворяют приблизительно в 300 см³ воды в стакане вместимостью 400 см³ и прибавляют 25 см³ раствора соляной кислоты. Раствор кипятят для гидролиза конденсированных фосфатов в течение 15 мин, охлаждают, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если необходимо, раствор фильтруют.

50 см³ полученного прозрачного раствора отбирают пипеткой в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 300 см³ воды, 12,5 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до кипения. Медленно добавляют 100 см³ горячего раствора хлористого бария и кипятят в течение 5 мин. Осадку дают отстояться не менее 12 ч или оставляют на ночь при температуре 30—40°С.

После этого раствор фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» с добавлением бумажной массы. Осадок промывают горячей водой до удаления хлор—иона (проба с раствором азотнокислого серебра). Осадок с фильтром помещают в предварительно доведенный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, сушат и озоляют на плитке, помещают в муфельную печь и прокаливают до постоянной массы при температуре около 800°С.

3.3.2. При анализе фосфатов с массовой долей сульфатов в пересчете на SO_4^{2-} от 0,02 до 0,2% взвешивают 20 г анализируемой пробы с погрешностью не более 0,01 г, растворяют приблизительно в 300 см³ воды в стакане вместимостью 600 см³, прибавляют 15 см³ раствора соляной кислоты. Затем раствор кипятят в течение 15 мин для гидролиза конденсированных фосфатов. Медленно добавляют 20 см³ горячего раствора хлористого бария и далее определение проводят по п. 3.3.1.

Примечание. При анализе ортофосфатов кипячение раствора пробы с соляной кислотой не требуется.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на SO_4^{2-} (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4116 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 411{,}6}{m} \quad \text{(для п. 3.3.1)}$$

или

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4116 \cdot 100}{m} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 41{,}16}{m} \quad \text{(для п. 3.3.2)},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,4116 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на SO_4^{2-}.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% относительно среднего результата определяемой величины.

Изменение № 1 ГОСТ 24024.12—81 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Методы определения сульфатов

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.11.86 № 3531 срок введения установлен

с 01.04.87

Пункт 2.2 изложить в новой редакции (кроме наименования): «Стаканы типа В или Н по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100 см³. Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 1000 см³.

[Продолжение см. с. 246]

Пипетки исполнения 1—7 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5, 10, 20 $см^3$.

Фильтры беззольные бумажные (синяя лента).

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 4-го класса точности с пределом взвешивания до 500 г.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., плотностью 1,19 $г/см^3$.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, ч.д.а., спиртовой раствор с массовой долей хлорида бария 20 %.

(Продолжение см. с. 247)

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Сульфат, раствор, содержащий 0,01 мг SO_4^{2-} в 1 см³ раствора, готовят следующим образом: 0,1814 г K_2SO_4 растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

10 см³ полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора водой до метки».

Пункт 2.3. Второй абзац. Исключить слово: «стандартного»;

заменить слова: «с погрешностью не более 0,01 г» на «результат взвешивания, в граммах, записывают до второго десятичного знака».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции (кроме наименования): «Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 500 см³.

Стаканы типа В или Н по ГОСТ 25336—82, вместимостью 400, 600 см³.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—80.

Фильтры беззольные бумажные (синяя лента).

Пипетка исполнения 2 по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³.

Электропечь сопротивления лабораторная типа СНОЛ 1,6—2,5 1/П—М-1 у-4,2.

(Продолжение см. с. 248)

(Продолжение изменения к ГОСТ 24024.12—81)

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 4-го класса точности с пределом взвешивания до 500 г.

Мензурки по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500 $см^3$.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 $см^3$.

Эксикатор 2—230 по ГОСТ 25336—82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., плотностью 1,19 $г/см^3$.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, ч.д.а., раствор с массовой долей хлорида бария 2 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор c ($AgNO_3$)=0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н. раствор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункты 3.3.1, 3.3.2. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,01 г» на «результат взвешивания, в граммах, записывают до второго десятичного знака».

Пункт 3.4. Последний абзац после слов «среднее арифметическое» дополнить словом: «результатов».

(ИУС № 2 1987 г.)

Редактор *Л. С. Пшеничная*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Г. М. Фролова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 10.07.81 Подп. к печ. 12.08.81 0,5 п. л. 0,27 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1081