УДК 661.631:543.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения пентанатрийтрифосфата

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of pentasodiumtriphosphate determination

ГОСТ 24024.3—80

МКС 71.060.10
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения пентанатрийтрифосфата (триполифосфата натрия).

Метод основан на весовом определении пентанатрийтрифосфата с применением для его осаждения раствора хлористого триэтилендиаминкобальта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр лабораторный с погрешностью измерения ±0,05 pH.

Электрод вспомогательный лабораторный, предназначенный для потенциометрических измерений.

Электрод стеклянный измерительный лабораторный.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с пределом взвешивания до 200 г и 4-го класса точности с пределом взвешивания до 500 г.

Мешалка магнитная типа ММ 5.

Тигель типа ТФ-32-ПОР 16 ХС или ТФ-40-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка для фильтрования ВФ ПОР 100 по ГОСТ 25336.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см^3, 1 дм^3.

Стаканы типа В или Н по ГОСТ 25336, вместимостью 150 см^3, 1000 см^3.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151.

Пипетка исполнения 2 по ГОСТ 29227, вместимостью 50 см^3.

Бюретка по ГОСТ 29251, вместимостью 25 см^3.

Мензурки по ГОСТ 1770.

Цилиндры исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770.

Колба с тубусом 1—500 по ГОСТ 25336.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

Этилендиамин ($NH_2—CH_2—CH_2—NH_2$), раствор с массовой долей этилендиамина 70 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор c (HCl) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н. раствор).

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Буферный раствор, pH 3,6, готовят смешиванием 105,0 см³ уксусной кислоты, 12,3 г уксуснокислого натрия и воды до 1 дм³; pH раствора проверяют на pH-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов.

Триэтилендиаминкобальт хлористый [$Co(NH_2—CH_2—CH_2—NH_2)_3Cl_3 \cdot 3H_2O$], готовят следующим образом: 261 г этилендиамина взвешивают (результат взвешивания, в граммах, записывают до первого десятичного знака), навеску помещают в стакан вместимостью 1000 см³ и растворяют в смеси, состоящей из 85 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и 535 см³ воды.

В колбе вместимостью 2000 см³ растворяют 250 г хлористого кобальта в 750 см³ воды, вливают при энергичном перемешивании в раствор хлористого кобальта раствор этилендиамина. Через газораспределительную трубку, помещенную в раствор на глубину 1—2 см от дна колбы, пропускают воздух в течение 8 ч при комнатной температуре. Содержимое колбы переносят в стакан вместимостью 2000 см³ и упаривают на водяной бане, пропуская над раствором поток воздуха до образования на поверхности тонкой корочки кристаллов (при уменьшении объема в 2—2,5 раза).

Раствор охлаждают, добавляют при тщательном перемешивании 150 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и нагревают до полного растворения выпавших кристаллов.

Высаливают хлористый триэтилендиаминкобальт медленным прибавлением в течение 1 ч 300 см³ спирта. Раствор охлаждают, кристаллы отфильтровывают через фильтрующую воронку под вакуумом, создавая разряжение при помощи водоструйного насоса, промывают четыре раза спиртом по 100—150 см³, перемешивая каждый раз кристаллы и отсасывая промывную жидкость. Кристаллы помещают в фарфоровую чашку и на водяной бане выпаривают остаток спирта.

Полученный продукт растворяют в 350 см³ кипящей воды и снова высаливают в течение 1 ч 300 см³ спирта. Охлаждают, отфильтровывают кристаллы через стеклянную фильтрующую воронку и промывают спиртом до тех пор, пока фильтрат не будет бесцветным. Кристаллы тонким слоем распределяют в чашках для выпаривания и сушат сначала на воздухе не менее 12 ч, а затем в течение 3—4 ч в сушильном шкафу при температуре (105±3) °С.

Масса полученного препарата — около 300 г.

Препарат хранят в герметически закрытой банке и перед использованием сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105±3) °С.

60 г препарата взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака, растворяют в воде и объем раствора доводят до 1 дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 2,5 г анализируемой пробы взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. При наличии нерастворимых веществ, фильтруют в сухую посуду, отбрасывая первые порции фильтрата.

50 см³ полученного раствора переносят пипеткой в стакан, добавляют 0,5 н. раствора соляной кислоты до pH 3,6 (проверяют на pH-метре). При перемешивании на магнитной мешалке добавляют 10 см³ буферного раствора и по каплям 12 см³ раствора триэтилендиаминкобальта. После добавления полного количества реактива раствор перемешивают в течение 15 мин. Полученный осадок фильтруют через высушенный до постоянной массы фильтрующий тигель, промывают небольшими порциями воды, подкисленной до pH 3,6, сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю пентанатрийтрифосфата $Na_5P_3O_{10}$ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 368 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 530 \cdot 50},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески, г;

$\frac{368}{530}$ — масса $Na_5P_3O_{10}$, соответствующая 1 г осадка, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.03.80 № 1023**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 199—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4525—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 29227—91	Разд. 2
ГОСТ 29251—91	Разд. 2

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

5. **ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 2—87, 9—88)**

gost.e-ecolog.ru