УДК 661.631:546.185.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения монофосфатов

ГОСТ 24024.9—81

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of monophosphate determination

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения монофосфата.

Метод основан на экстракции монофосфатов в виде фосфорномолибденового аммония смесью органических растворителей (во избежание гидролиза конденсированных фосфатов) и последующем фотометрическом измерении оптической плотности фосфорномолибденовой сини при длине волны 630 нм.

Метод применим при массовой доле монофосфата в пробе в пересчете на P_2O_5 не менее 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр с монохроматором или фотометр с фильтром.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г. Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 500, 1000, 2000 $см^3$.

Пипетки по НТД вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 $см^3$.

Бюретка по НТД вместимостью 25 $см^3$.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч. д. а., раствор готовят следующим образом: 100 г молибденовокислого аммония кристаллического растворяют в 800 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ = 10 моль/$дм^3$ (10 н.) и доводят объем раствора до 2000 $см^3$. Раствор применяют через 3 сут после его приготовления.

Спирт этиловый абсолютный с массовой долей этилового спирта 99,5 %, готовят по ГОСТ 4517.

Олово двухлористое, ч. д. а., раствор готовят следующим образом: 0,2 г хлористого олова растворяют в 100 $см^3$ смеси равных объемов глицерина и этилового спирта. Раствор годен в течение 7 сут.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ = 0,7 моль/$дм^3$ (0,7 н.), готовят следующим образом: к 980 $см^3$ этилового спирта осторожно добавляют 20 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Смесь растворителей, готовят следующим образом: смешивают равные объемы изобутилового спирта и толуола.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

gost.e-ecolog.ru

Раствор сравнения фосфата с содержанием 0,01 мг P_2O_5 в 1 $см^3$, готовят следующим образом: 1,9175 г фосфорнокислого однозамещенного калия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 10 $см^3$ полученного раствора отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию образцов для градуирования, в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая вносят 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ раствора сравнения фосфата, что соответствует 0,01; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 мг P_2O_5, разбавляют водой до объема приблизительно 20 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ смеси растворителей, 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и немедленно энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой аликвотные части по 5 $см^3$ органического слоя, что соответствует 0,002; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 мг P_2O_5, в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, разбавляют раствором серной кислоты до объема приблизительно 45 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ раствора двухлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

Одновременно в тех же условиях готовят контрольный раствор, не содержащий фосфата.

Измеряют оптические плотности приготовленных растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм (для массы 0—0,040 мг P_2O_5) и в кюветах 50 мм (для массы 0—0,020 мг P_2O_5) при длине волны 630 нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят два градуировочных графика, откладывая по оси абсцисс массы P_2O_5 в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. При анализе фосфатов с массовой долей монофосфатов в пересчете на P_2O_5 от 0,05 до 1,0 % взвешивают 1 г анализируемой пробы, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в воде при температуре (20±1) °С в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

10 $см^3$ полученного раствора немедленно отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Далее анализ проводят по разд. 3, определяя массу монофосфата в пересчете на P_2O_5 по соответствующему градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. При анализе фосфатов с массовой долей монофосфатов в пересчете на P_2O_5 свыше 1,0 % количество навески изменяют с таким расчетом, чтобы масса монофосфата в пересчете на P_2O_5 в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ была в пределах 0,01—0,2 мг P_2O_5.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю монофосфатов в пересчете на P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 25 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot 5 \cdot m} = \frac{m_1 \cdot 25}{m},$$

где m_1 — масса монофосфата в пересчете на P_2O_5 в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.Б. Мойжес, Ю.М. Трофимов, М.В. Кузьменко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.02.81 № 961

Изменение № 2 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1938—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4517—87	2
ГОСТ 5789—78	2
ГОСТ 6016—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 24104—88	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г., ноябре 1996 г. (ИУС 10—88, 2—97)**

gost.e-ecolog.ru