МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 12—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.631:546.18—31.06:354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения общего P_2O_5

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of total phosphorus pentoxid determination

ГОСТ 24024.8—81

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

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

Метод основан на потенциометрическом титровании подкисленного анализируемого раствора раствором гидроокиси натрия и вычислении общего P_2O_5 по объему раствора гидроокиси натрия, израсходованному на титрование от эквивалентной точки мононатрийфосфата до эквивалентной точки динатрийфосфата.

Допускается проводить определение общего P_2O_5 дифференциально-фотоколориметрическим методом в виде фосфорнованадиевомолибденового соединения и весовым методом в виде фосфоромолибдата хинолина.

(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 стеклянный измерительный лабораторный.

Электрод вспомогательный лабораторный, предназначенный для потенциометрических измерений.

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.

Трубка газопроводная со стеклянной пористой пластинкой с размером пор от 40 до 100 мкм.

Мешалка магнитная лабораторная.

Бюретка по НТД вместимостью 25 и 50 $см^3$.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ = 1 моль/$дм^3$ (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 10 моль/$дм^3$ и c (NaOH) = = 0,5 моль/$дм^3$, свободный от карбонатов, приготовленный по ГОСТ 4517.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,04 %.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 с массовой долей азота не менее 99,8 %.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. При анализе монофосфатов взвешивают 3 г анализируемой пробы и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в стакане в 250 $см^3$ воды, прибавляют 3 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором серной кислоты до появления красной окраски.

3.2. При анализе конденсированных фосфатов взвешивают 2 г анализируемой пробы и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в стакане в 100 $см^3$ воды, прибавляют 5 $см^3$ раствора соляной кислоты и гидролизуют при кипячении в течение 30 мин. Затем прибавляют несколько капель раствора метилового оранжевого, нейтрализуют большую часть кислоты приблизительно 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 10 моль/$дм^3$ до перехода окраски индикатора в оранжевую и доводят водой до объема приблизительно 200 $см^3$.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для удаления присутствующего углекислого газа пропускают азот через газопроводную трубку со стеклянной пористой пластинкой в течение 5 мин. Трубку вводят через отверстие в часовом стекле или пластинке из органического стекла, закрывающих стакан. Трубку со стеклянной пористой пластинкой, часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют воду приблизительно до объема 300 $см^3$ и потенциометрически титруют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 10 моль/$дм^3$ до эквивалентной точки мононатрийфосфата, затем продолжают титрование до эквивалентной точки динатрийфосфата. Добавление раствора гидроокиси натрия вблизи эквивалентных точек проводят порциями объемом по 0,2 $см^3$ и прибавляют 1 $см^3$ гидроокиси натрия после достижения наибольшего скачка потенциала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю общего P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}5 \cdot 141{,}945 \cdot 100}{m \cdot 2 \cdot 1000} = \frac{V \cdot 3{,}549}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование пробы от эквивалентной точки мононатрийфосфата до эквивалентной точки динатрийфосфата, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % 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 № 960**

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 1937—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4517—87	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 9293—74	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	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