ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

## ГОСТ 24024.12—81
## (СТ СЭВ 2524—80)

Издание официальное

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 без ограничения (Изм. № 1, 91)
с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

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

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

или

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4116 \cdot 100}{m} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 41{,}16}{m}$$ (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 $см^3$. Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 1000 $см^3$.

*[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*

Сдано в наб. 15.07.81 Подп. к печ. 12 08.81 0,5 п. л. 0,27 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

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