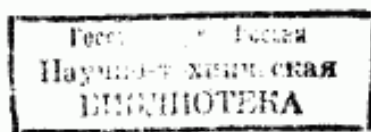


**ФОСФОР
И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ
ФОСФОРА**

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное



БЗ 12-98

**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва**

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 монопотрийфосфата до эквивалентной точки динатрийфосфата.

Допускается проводить определение общего P_2O_5 дифференциально-фотоколориметрическим методом в виде фосфорнованадиевомолибденового соединения и весовым методом в виде фосфомолибдата 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 $\pm 0,05$ 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 см³.

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 $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 1$ моль/дм³ (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(NaOH) = 10$ моль/дм³ и $c(NaOH) = 0,5$ моль/дм³, 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).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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 см³ 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 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты и гидролизуют при кипячении в течение 30 мин. Затем прибавляют несколько капель раствора метилового оранжевого, нейтрализуют большую часть кислоты приблизительно 5 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ моль/дм}^3$ до перехода окраски индикатора в оранжевую и доводят водой до объема приблизительно 200 см³.

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 см³ и потенциометрически титруют раствором гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ моль/дм}^3$ до эквивалентной точки моноватрийфосфата, затем продолжают титрование до эквивалентной точки динатрийфосфата. Добавление раствора гидроокиси натрия вблизи эквивалентных точек проводят порциями объемом по 0,2 см³ и прибавляют 1 см³ 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 $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование пробы от эквивалентной точки моноватрийфосфата до эквивалентной точки динатрийфосфата, см³;

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)