

**ФОСФОР  
И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ  
ФОСФОРА**

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Издание официальное

Госстандарт России  
Научно-техническая  
библиотека

## 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 моноватрийфосфата 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  $\pm 0,05$  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 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации  $c(NaOH) = 10$  моль/дм<sup>3</sup> и  $c(NaOH) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ моль/дм}^3$  до перехода окраски индикатора в оранжевую и доводят водой до объема приблизительно 200 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> и потенциометрически титруют раствором гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ моль/дм}^3$  до эквивалентной точки моносодийфосфата, затем продолжают титрование до эквивалентной точки динатрийфосфата. Добавление раствора гидроксида натрия вблизи эквивалентных точек проводят порциями объемом по 0,2 см<sup>3</sup> и прибавляют 1 см<sup>3</sup> гидроксида натрия после достижения наибольшего скачка потенциала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю общего  $\text{P}_2\text{O}_5$  ( $X$ ) 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 гидроксида натрия концентрации точно  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ , израсходованный на титрование пробы от эквивалентной точки моносодийфосфата до эквивалентной точки динатрийфосфата, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — 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)