

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения пентанатрийтрифосфата

Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of pentasodiumtriphosphate determination

ГОСТ
24024.3—80

МКС 71.060.10
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения пентанатрийтрифосфата (триполифосфата натрия).

Метод основан на весовом определении пентанатрийтрифосфата с применением для его осаждения раствора хлористого триэтилдиаминкобальта.

(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 вспомогательный лабораторный, предназначенный для потенциометрических измерений.

Электрод стеклянный измерительный лабораторный.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с пределом взвешивания до 200 г и 4-го класса точности с пределом взвешивания до 500 г.

Мешалка магнитная типа ММ 5.

Тигель типа ТФ-32-ПОР 16 ХС или ТФ-40-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка для фильтрования ВФ ПОР 100 по ГОСТ 25336.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см³, 1 дм³.

Стаканы типа В или Н по ГОСТ 25336, вместимостью 150 см³, 1000 см³.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151.

Пипетка исполнения 2 по ГОСТ 29227, вместимостью 50 см³.

Бюретка по ГОСТ 29251, вместимостью 25 см³.

Мензурки по ГОСТ 1770.

Цилиндры исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770.

Колба с тубусом 1—500 по ГОСТ 25336.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Этилендиамин ($\text{NH}_2\text{—CH}_2\text{—CH}_2\text{—NH}_2$), раствор с массовой долей этилендиамина 70 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$ и раствор с $(\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н. раствор).

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Буферный раствор, pH 3,6, готовят смешиванием $105,0 \text{ см}^3$ уксусной кислоты, $12,3 \text{ г}$ уксуснокислого натрия и воды до 1 дм^3 ; pH раствора проверяют на pH-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов.

Триэтилендиаминкобальт хлористый $[\text{Co}(\text{NH}_2\text{—CH}_2\text{—CH}_2\text{—NH}_2)_3\text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, готовят следующим образом: 261 г этилендиамина взвешивают (результат взвешивания, в граммах, записывают до первого десятичного знака), навеску помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и растворяют в смеси, состоящей из 85 см^3 соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$ и 535 см^3 воды.

В колбе вместимостью 2000 см^3 растворяют 250 г хлористого кобальта в 750 см^3 воды, вливают при энергичном перемешивании в раствор хлористого кобальта раствор этилендиамина. Через газораспределительную трубку, помещенную в раствор на глубину $1\text{—}2 \text{ см}$ от дна колбы, пропускают воздух в течение 8 ч при комнатной температуре. Содержимое колбы переносят в стакан вместимостью 2000 см^3 и упаривают на водяной бане, пропуская над раствором поток воздуха до образования на поверхности тонкой корочки кристаллов (при уменьшении объема в $2\text{—}2,5$ раза).

Раствор охлаждают, добавляют при тщательном перемешивании 150 см^3 соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$ и нагревают до полного растворения выпавших кристаллов.

Высаливают хлористый триэтилендиаминкобальт медленным прибавлением в течение 1 ч 300 см^3 спирта. Раствор охлаждают, кристаллы отфильтровывают через фильтрующую воронку под вакуумом, создавая разрежение при помощи водоструйного насоса, промывают четыре раза спиртом по $100\text{—}150 \text{ см}^3$, перемешивая каждый раз кристаллы и отсасывая промывную жидкость. Кристаллы помещают в фарфоровую чашку и на водяной бане выпаривают остаток спирта.

Полученный продукт растворяют в 350 см^3 кипящей воды и снова высаливают в течение 1 ч 300 см^3 спирта. Охлаждают, отфильтровывают кристаллы через стеклянную фильтрующую воронку и промывают спиртом до тех пор, пока фильтрат не будет бесцветным. Кристаллы тонким слоем распределяют в чашках для выпаривания и сушат сначала на воздухе не менее 12 ч , а затем в течение $3\text{—}4 \text{ ч}$ в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$.

Масса полученного препарата — около 300 г .

Препарат хранят в герметически закрытой банке и перед использованием сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$.

60 г препарата взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака, растворяют в воде и объем раствора доводят до 1 дм^3 .

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. $2,5 \text{ г}$ анализируемой пробы взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. При наличии нерастворимых веществ, фильтруют в сухую посуду, отбрасывая первые порции фильтрата.

50 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в стакан, добавляют $0,5 \text{ н.}$ раствора соляной кислоты до pH 3,6 (проверяют на pH-метре). При перемешивании на магнитной мешалке добавляют 10 см^3 буферного раствора и по каплям 12 см^3 раствора триэтилендиаминкобальта. После добавления полного количества реактива раствор перемешивают в течение 15 мин . Полученный осадок фильтруют через высушенный до постоянной массы фильтрующий тигель, промывают небольшими порциями воды, подкисленной до pH 3,6, сушат в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают, результат взвешивания, в граммах, записывают до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю пентанатрийтрифосфата $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 368 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 530 \cdot 50},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески, г;

$\frac{368}{530}$ — масса $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, соответствующая 1 г осадка, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.03.80 № 1023
3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 199—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4525—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 29227—91	Разд. 2
ГОСТ 29251—91	Разд. 2

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
5. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 2—87, 9—88)