

24024.12-81



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

Внесены в 1 изд. 2-87г

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

ГОСТ 24024.12-81
(СТ СЭВ 2524-80)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва



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 ~~установлен~~ *без ограничения* ~~с 01.01. 1983 г.~~ *период 8-91)*
~~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.

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 $(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (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°C.

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°C.

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

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

или

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4116 \cdot 100}{m} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 41,16}{m} \quad (\text{для п. 3.3.2}),$$

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 см³. Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 1000 см³.

[Продолжение см. с. 246]

Пипетки исполнения 1—7 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5, 10, 20 см³.

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/см³.

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 I/П—М-1 у-4,2.

(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 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 см³.

Эксикатор 2-230 по ГОСТ 25336-82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а., плотностью 1,19 г/см³.

Барий хлористый по ГОСТ 4108-72, ч.д.а., раствор с массовой долей хлорида бария 2 %.

Серебро азотнокислосое по ГОСТ 1277-75, раствор с $(\text{AgNO}_3) = 0,01$ моль/дм³ (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. 18000 Цена 3 коп.
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123567, Москва, Новопресненский пер., 3
Тяп. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6, Зак. 1081