

ФОСФОР И НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ФОСФОРА

Метод определения монофосфатов

ГОСТ
24024.9—81Phosphorus and inorganic phosphorus compounds.
Method of monophosphate determination

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на фосфор и неорганические соединения фосфора и устанавливает метод определения монофосфата.

Метод основан на экстракции монофосфатов в виде фосфорномолибденового аммония смесью органических растворителей (во избежание гидролиза конденсированных фосфатов) и последующем фотометрическом измерении оптической плотности фосфорномолибденовой сини при длине волны 630 нм.

Метод применим при массовой доле монофосфата в пробе в пересчете на P_2O_5 не менее 0,05 %. (Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретные виды продукции.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр с монохроматором или фотометр с фильтром.

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.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 500, 1000, 2000 см³.

Пипетки по НТД вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 см³.

Бюретка по НТД вместимостью 25 см³.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч. д. а., раствор готовят следующим образом: 100 г молибденовокислого аммония кристаллического растворяют в 800 см³ раствора серной кислоты концентрации $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 10$ моль/дм³ (10 н.) и доводят объем раствора до 2000 см³. Раствор применяют через 3 сут после его приготовления.

Спирт этиловый абсолютный с массовой долей этилового спирта 99,5 %, готовят по ГОСТ 4517.

Олово двухлористое, ч. д. а., раствор готовят следующим образом: 0,2 г хлористого олова растворяют в 100 см³ смеси равных объемов глицерина и этилового спирта. Раствор годен в течение 7 сут.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор концентрации $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,7$ моль/дм³ (0,7 н.), готовят следующим образом: к 980 см³ этилового спирта осторожно добавляют 20 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Смесь растворителей, готовят следующим образом: смешивают равные объемы изобутилового спирта и толуола.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Раствор сравнения фосфата с содержанием 0,01 мг P_2O_5 в 1 см³, готовят следующим образом: 1,9175 г фосфорнокислого однозамещенного калия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. 10 см³ полученного раствора отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию образцов для градуирования, в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая вносят 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ раствора сравнения фосфата, что соответствует 0,01; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 мг P_2O_5 , разбавляют водой до объема приблизительно 20 см³, добавляют 25 см³ смеси растворителей, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и немедленно энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой аликвотные части по 5 см³ органического слоя, что соответствует 0,002; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 мг P_2O_5 , в мерные колбы вместимостью 50 см³, разбавляют раствором серной кислоты до объема приблизительно 45 см³, добавляют 1 см³ раствора двухлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

Одновременно в тех же условиях готовят контрольный раствор, не содержащий фосфата.

Измеряют оптические плотности приготовленных растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм (для массы 0—0,040 мг P_2O_5) и в кюветах 50 мм (для массы 0—0,020 мг P_2O_5) при длине волны 630 нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят два градуировочных графика, откладывая по оси абсцисс массы P_2O_5 в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. При анализе фосфатов с массовой долей монофосфатов в пересчете на P_2O_5 от 0,05 до 1,0 % взвешивают 1 г анализируемой пробы, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в воде при температуре $(20 \pm 1)^\circ C$ в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора немедленно отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее анализ проводят по разд. 3, определяя массу монофосфата в пересчете на P_2O_5 по соответствующему градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. При анализе фосфатов с массовой долей монофосфатов в пересчете на P_2O_5 свыше 1,0 % количество навески изменяют с таким расчетом, чтобы масса монофосфата в пересчете на P_2O_5 в мерной колбе вместимостью 100 см³ была в пределах 0,01—0,2 мг P_2O_5 .

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю монофосфатов в пересчете на P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 25 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot 5 \cdot m} = \frac{m_1 \cdot 25}{m},$$

где m_1 — масса монофосфата в пересчете на P_2O_5 в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % 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 № 961

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 1938—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, приложения |
|---|--------------------------|
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 3765—78 | 2 |
| ГОСТ 4198—75 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4517—87 | 2 |
| ГОСТ 5789—78 | 2 |
| ГОСТ 6016—77 | 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 |
| ГОСТ 24104—88 | 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)