

**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 2109Дата 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 триэтилендиаминкобальта.

**(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 см<sup>3</sup>, 1 дм<sup>3</sup>.

Стаканы типа В или Н по ГОСТ 25336, вместимостью 150 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup>.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151.

Пипетка исполнения 2 по ГОСТ 29227, вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Бюретка по ГОСТ 29251, вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

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.

## С. 2 ГОСТ 24024.3—80

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  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$  (0,5 н. раствор).

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Буферный раствор, pH 3,6, готовят смешиванием  $105,0 \text{ см}^3$  уксусной кислоты,  $12,3 \text{ г}$  уксусно-кислого натрия и воды до  $1 \text{ дм}^3$ : 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:  $261 \text{ г}$  этилендиамина взвешивают (результат взвешивания, в граммах, записывают до первого десятичного знака), навеску помещают в стакан вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и растворяют в смеси, состоящей из  $85 \text{ см}^3$  соляной кислоты плотностью  $1,19 \text{ г/см}^3$  и  $535 \text{ см}^3$  воды.

В колбе вместимостью  $2000 \text{ см}^3$  растворяют  $250 \text{ г}$  хлористого кобальта в  $750 \text{ см}^3$  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  $8 \text{ ч}$  при комнатной температуре. Содержимое колбы переносят в стакан вместимостью  $2000 \text{ см}^3$  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  $150 \text{ см}^3$  соляной кислоты плотностью  $1,19 \text{ г/см}^3$  и нагревают до полного растворения выпавших кристаллов.

Высаливают хлористый триэтилендиаминкобальт медленным прибавлением в течение  $1 \text{ ч}$   $300 \text{ см}^3$  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  $350 \text{ см}^3$  кипящей воды и снова высаливают в течение  $1 \text{ ч}$   $300 \text{ см}^3$  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  $12 \text{ ч}$ , а затем в течение  $3\text{—}4 \text{ ч}$  в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ .

Масса полученного препарата — около  $300 \text{ г}$ .

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

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

**(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  $250 \text{ см}^3$ , растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. При наличии нерастворимых веществ, фильтруют в сухую посуду, отбрасывая первые порции фильтрата.

$50 \text{ см}^3$  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  $10 \text{ см}^3$  буферного раствора и по каплям  $12 \text{ см}^3$  раствора триэтилендиаминкобальта. После добавления полного количества реактива раствор перемешивают в течение  $15 \text{ мин}$ . 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  $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$  ( $X$ ) 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  $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$ , соответствующая 1 г осадка, г.

За результат анализа принимают среднееарифметическое 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)