МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения фосфора

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.9—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.5—81, ГОСТ 741.8—80

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2006 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования и требования безопасности 1
4 Спектрофотометрический метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы . . . 1
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов анализа 3
4.6 Контроль точности анализа 3
Приложение А Библиография 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения фосфора

Nickel. Cobalt.
Method for determination of phosphorus

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения фосфора при массовой доле от 0,0002 % до 0,005 % в первичном никеле по ГОСТ 849 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6006—78 Бутанол-1. Технические условия
ГОСТ 6016—77 Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 610—720 нм раствора комплексного фосфорномолибденового соединения, восстановленного двухлористым оловом, после предварительного экстракционного извлечения изобутиловым спиртом или смесью бутилового спирта и хлороформа из среды хлорной кислоты.

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 590—630 нм или 700—740 нм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и 1:9.

Издание официальное

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 или 1:9.

Кислота хлорная по [1], разбавленная 1 : 9.

Фильтры обеззоленные по [2] или другие плотные фильтры.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, и раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Для перекристаллизации навеску молибденовокислого аммония массой 70,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, приливают 400 см^3 воды, растворяют при нагревании до 70—80 °С, фильтруют горячий раствор через фильтр (синяя лента), фильтрат снова нагревают и горячий раствор так же фильтруют. К горячему раствору приливают 250 см^3 этилового спирта, охлаждают, выдерживают не менее 1 ч и отфильтровывают кристаллический осадок на фарфоровую фильтрующую воронку. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см^3 и высушивают на воздухе.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 0,003 г/см^3.

Калий фосфорнокислый по ГОСТ 4198, высушенный при температуре 100—110 °С.

Олово двухлористое по [3].

Раствор 1 двухлористого олова массовой концентрации 0,02 г/см^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Раствор 2 двухлористого олова массовой концентрации 0,002 г/см^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:9.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Спирт бутиловый по ГОСТ 6006.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный по [4].

Смесь для экстракции: смешивают три объема хлороформа и два объема бутилового спирта.

Растворы фосфора известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации фосфора 0,0001 г/см^3: навеску фосфорнокислого калия массой 0,4394 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 80—100 см^3 воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации фосфора 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации фосфора 0,000002 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 20 см^3 раствора Б, доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в делительную воронку вместимостью 100 см^3 последовательно отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см^3 раствора фосфора В, доливают объем в воронке до 50 см^3 хлорной кислотой, разбавленной 1:9, приливают 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в 4.4.2 или 4.4.3 и 4.4.4.

Масса фосфора в растворах для градуировочного графика составляет 0,000002; 0,000004; 0,000008; 0,000012; 0,000016 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора фосфора.

4.4. Проведение анализа

4.4.1 В стакан из кварцевого стекла или из фторопласта вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г
От 0,0002 до 0,0005 включ.	2,000
Св. 0,0005 » 0,0010 »	1,000
» 0,0010 » 0,0020 »	0,500
» 0,0020 » 0,0050 »	0,200

К пробе приливают 15—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 5—6 капель раствора марганцовокислого калия и растворяют при нагревании до температуры 60—70 °С. Раствор выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 5 см^3 хлорной кислоты, нагревают в течение 10 мин, охлаждают. Приливают 30 см^3 хлорной кислоты, разбавленной 1:9, нагревают до растворения солей, охлаждают. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, доливают объем раствора до 50 см^3 хлорной кислотой, разбавленной 1:9, и далее, в зависимости от выбранного экстрагента, проводят анализ по 4.4.2 или 4.4.3.

4.4.2 К раствору в делительной воронке приливают 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 20 см^3 смеси для экстракции, встряхивают воронку в течение 1 мин. После расслоения фаз органическую фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см^3, к водной фазе приливают 5 см^3 смеси для экстракции и промывают ее в течение 30 с. После расслоения фаз органическую фазу присоединяют к раствору в мерной колбе, водную фазу отбрасывают. К раствору приливают 5см^3 бутилового спирта, прибавляют 3—4 капли раствора 1 двухлористого олова, доливают до метки бутиловым спиртом и измеряют светопоглощение, как указано в 4.4.4.

4.4.3 К раствору в делительной воронке приливают 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, через 10 мин приливают 10 см^3 изобутилового спирта и встряхивают 1 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, а к водной фазе приливают 10 см^3 изобутилового спирта и повторяют экстракцию. Водную фазу отбрасывают. К объединенным органическим фазам приливают 15 см^3 раствора 2 двухлористого олова и встряхивают воронку 1 мин. Водную фазу отбрасывают, органическую фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см^3. Делительную воронку промывают 5—10 см^3 ацетона, присоединяя его к раствору в мерной колбе, доливают до метки ацетоном и измеряют светопоглощение, как указано в 4.4.4.

4.4.4 Через 15 мин измеряют светопоглощение раствора пробы на спектрофотометре при длине волны 610 или 720 нм, или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 590—640 или 700—740 нм в кюветах толщиной поглощающего слоя 3 см.

При проведении анализа по 4.4.2 в качестве раствора сравнения используют смесь 15 см^3 хлороформа и 35 см^3 бутилового спирта, при проведении анализа по 4.4.3 — смесь 20 см^3 изобутилового спирта и 30 см^3 ацетона.

Массу фосфора в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю фосфора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x - M_к}{M} 100 , \qquad (1)$$

где M_x — масса фосфора в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса фосфора в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля фосфора	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00020	0,00008	0,00010	0,00015	0,00010
0,00030	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,00050	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0030	0,0005	0,0006	0,0009	0,0006
0,0050	0,0007	0,0009	0,0014	0,0010

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-2878-84 Кислота хлорная х. ч. для анализов
[2] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[3] ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое)
[4] ГФ X, статья 160 Хлороформ фармакопейный

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06: 006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, фосфор, химический анализ, массовая доля, средства измерений, раствор, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 13.03.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 29 экз. Зак. 88. С 2580.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru э@gostinfo.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru