УДК 669.25 : 546.18.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения фосфора

COBALT
Method for the determination of phosphorus

ГОСТ 741.8—80

Взамен
ГОСТ 741.8—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора от 0,0001 до 0,004%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА (от 0,0001 до 0,004%)

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции фосфоромолибденового комплекса смесью *н*-бутилового спирта и хлороформа. Определение фосфора проводят фотоколориметрически по синей окраске восстановленной фосфорномолибденовой гетерополикислоты в органическом растворе.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, плотностью 1,38 г/см^3 и разбавленная 1 : 1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора, 70 г молибденовокислого

gost.e-ecolog.ru

аммония растворяют при 80 °С в 400 мл воды и дважды фильтруют горячий раствор через плотный фильтр «синяя лента». К раствору добавляют 250 мл этилового спирта, охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера.

Полученный молибденовокислый аммоний растворяют и снова перекристаллизовывают. Кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, промывают 2—3 раза этиловым спиртом по 20—30 мл, после чего их высушивают на воздухе. Перед применением из соли готовят 10%-ный раствор.

Кислота хлорная плотностью 1,225 г/см^3, разбавленная 1 : 9.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74, перегнанный.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78, перегнанный.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20450—75, 0,1 н. раствор, приготовленный из фиксанала.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, свежеприготовленный 4%-ный раствор в соляной кислоте, разбавленной 1 : 1.

Экстракционная смесь, состоящая из трех частей хлороформа и одной части *н*-бутилового спирта.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора содержит примерно 0,1 мг фосфора. Титр раствора А устанавливают весовым методом.

Раствор Б: Часть раствора А, содержащего 2 мг фосфора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг фосфора.

Раствор В: 10 мл раствора Б переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки хлорной кислотой, разбавленной 1 : 9, и перемешивают.

1 мл раствора В содержит 0,002 мг фосфора.

Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой 0,25—2 г (см. таблицу) помещают в кварцевый стакан, приливают 20—30 мл азотной кисло-

ты, разбавленной 1 : 1, несколько капель марганцовокислого калия и растворяют при слабом нагревании.

Массовая доля фосфора, %	Масса навески кобальта, г
От 0,0001 до 0,0004	2
Св. 0,0004 „ 0,001	1
„ 0,001 „ 0,002	0,5
„ 0,002 „ 0,004	0,25

Раствор охлаждают, добавляют 5 мл хлорной кислоты, снова нагревают, затем выпаривают до появления густых белых паров, охлаждают, приливают 40 мл бидистиллированной воды и перемешивают до полного растворения солей.

Охлажденный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—200 мл, обмывают стакан хлорной кислотой, разбавленной 1 : 9 (общий объем раствора должен быть около 50 мл), приливают к раствору 3 мл раствора молибденовокислого аммония и выдерживают в течение 10 мин для образования фосфорномолибденовой гетерополикислоты. Затем приливают 5 мл *н*-бутилового спирта, энергично встряхивают для насыщения водного раствора *н*-бутиловым спиртом, приливают 20 мл экстракционной смеси и осторожно перемешивают, переворачивая воронку 20—25 раз. После расслоения жидкостей органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 50 мл, а к водному раствору приливают еще 20 мл органической смеси и повторяют экстракцию.

Органические экстракты объединяют в мерные колбы, приливают 3—4 мл *н*-бутилового спирта и осторожно при перемешивании добавляют четыре капли раствора хлористого олова. Затем доводят объем раствора в колбе до метки *н*-бутиловым спиртом и перемешивают.

Оптическую плотность экстракта измеряют через 30 мин на фотоэлектроколориметре с применением красного светофильтра (область светопропускания 610 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Одновременно с анализом проб проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов фосфором и из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта. Раствором сравнения является экстракционная смесь.

Содержание фосфора находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки последовательно отбирают 0, 1, 2, 3, 5 и 7 мл стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,010; 0,014 мг фосфора, доводят хлорной кислотой, разбавленной 1 : 9, до 40—50 мл, приливают 3 мл раствора молибденовокислого аммония и проводят анализ, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им концентрациям фосфора строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 20 отн. %.

Изменение № 1 ГОСТ 741.8—80 Кобальт. Метод определения фосфора

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2 дополнить абзацем (после первого): «Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру 1100 °С»;

заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/$дм^3$»; 0,1 н. на 0,02 М; «4 %-ный раствор» на «раствор 40 г/$дм^3$»;

дополнить абзацами (после тринадцатого):

«Аммиак по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:100.

Магний хлористый по ГОСТ 4209—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Магнезиальная смесь, раствор: 50 г хлористого магния и 100 г хлористого аммония растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют аммиак до появления запаха, оставляют раствор на 12 ч, затем отфильтровывают. К фильтрату добавляют соляную кислоту до кислой реакции (по бумаге «Конго»)»;

после слов «Титр раствора А устанавливают весовым методом» дополнить словами: «50 $см^3$ раствора А помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$, при-

(Продолжение см. с. 78)

бавляют 5 см³ соляной кислоты и 20 см³ магнезиальной смеси. Прибавляют раствор аммиака до появления запаха, охлаждают до 10 °С, перемешивают стеклянной палочкой, добавляют 10 см³ раствора аммиака и оставляют на 12 ч. Осадок отфильтровывают, промывают 12—15 раз раствором аммиака (1:100). Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1100—1150 °С. Одновременно проводят контрольный опыт на содержание фосфора в реактивах.

Массовую концентрацию раствора (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T=\frac{(m-m_1)\cdot 0{,}2787}{V},$$

где m — масса осадка пирофосфорнокислого магния в растворе А, г.

m_1 — масса осадка в контрольном опыте, г;

0,2787 — коэффициент пересчета пирофосфорнокислого магния на фосфор.

V — объем аликвотной части анализируемого стандартного раствора, см³»;

заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слово: «несколько» на 5—7.

Пункт 3.2. Первый абзац дополнить словами: «Из значения оптической плотности стандартного раствора вычитают значение оптической плотности раствора, не содержащего фосфор»;

последний абзац. Исключить слова: «(с учетом поправки контрольного опыта)».

(Продолжение см. с. 79)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.8—80)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0003 включ.	0,00008
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0002
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0004
» 0,0012 » 0,004 »	0,0008

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.8—80 Кобальт. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора при массовой доле от 0,0001 до 0,004 %».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения синей формы фосфоромолибденового комплекса при длине волны 720 или 625 нм после предварительного отделения фосфора экстракцией смесью *н*-бутилового спирта и хлороформа».

Пункт 2.2. Первый абзац после слова «спектрофотометр» дополнить словами: «любого типа»;

дополнить абзацем (после двенадцатого): «Индикаторная бумага «конго»;

восьмой абзац. Заменить слова: «из фиксанала» на «из стандарт-титра»;

исключить ссылку: ГОСТ 36—78;

раствор Б дополнить абзацем (перед последним): «Раствор используют свежеприготовленным»;

заменить значения: 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,02 мг на $2 \cdot 10^{-5}$ г; 0,002 мг на $2 \cdot 10^{-6}$ г;

заменить ссылки: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88, ГОСТ 18300—82 на ГОСТ 18300—87.

Пункты 3.1, 3.2, 4.2 изложить в новой редакции: «3.1. Навеску кобальта массой 0,2500—2,0000 г (см. табл 1) помещают в кварцевый или тефлоновый стакан и растворяют при нагревании до 60 °С в 20—30 см³ раствора азотной кислоты 1 · 1 с добавлением 5—7 капель раствора марганцево-кислого калия, выпаривают до объема 5—10 см³, охлаждают, добавляют 10 см³ хлорной кислоты и нагревают до начала выделения паров, затем продолжают нагревание в течение 10 мин. Раствор охлаждают, приливают 30 см³ раствора хлорной кислоты, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ и доливают раствором хлорной кислоты до объема 50 см³. К раствору в делительной воронке приливают 3 см³ раствора молибденово-кислого аммония и 20 см³ экстракционной смеси и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслоения фаз органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, а к водной фазе приливают 5 см³ экстракционной смеси, промывают водную фазу в течение 30 с и присоединяют органическую фазу к основному раствору в мерной колбе вместимостью 50 см³. Приливают 5 см³ бутилового спирта, добавляют 4 капли раствора хлористого олова, перемешивают в течение 1 мин и доливают до метки бутиловым спиртом.

(Продолжение см. с 42)

Измеряют светопоглощение раствора через 15 мин при длине волны 720 или 625 нм.

Раствором сравнения служит раствор, состоящий из 25 см³ экстракционной смеси и 25 см³ бутилового спирта.

Массу фосфора находят по градуировочному графику с поправкой на массу фосфора в растворе контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика

В делительную воронку вместимостью 100 см³ последовательно отбирают 0; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 7,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,010; 0,014) · 10^{-3} г фосфора, доливают до объема 50 см³ раствор хлорной кислоты, приливают 3 см³ раствора молибденово-кислого аммония и 20 см³ экстракционной смеси и проводят анализ, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям светопоглощений и соответствующим им значениям масс фосфора строят градуировочный график с учетом светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего фосфора.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00008	0,00012
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0002	0,0002
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0004	0,0005
» 0,0012» 0,006 »	0,0006	0,0006

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru