МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.9— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения фосфора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2015 . № 816-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.9—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.9—2002

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения фосфора

Nickel. Cobalt. Method for determination of phosphorus

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия
ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2014 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 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа, качеству используемой дистиллированной воды и лабораторной посуды и требования безопасности при проведении работ — по ГОСТ 13047.1.

Издание официальное

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

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

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

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная перегонкой, или 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.

Аммоний молибденовокислый перекристаллизованный готовят следующим образом: навеску молибденовокислого аммония массой 70,0 г помещают в стакан вместимостью 600 или 1000 см^3, приливают 400 см^3 дистиллированной воды, растворяют при нагревании от 70 °С до 80 °С, фильтруют через фильтр (белая или синяя лента), нагревают и фильтруют еще раз. 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 два-три раза этиловым спиртом 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 от 100 °С до 110 °С.

Олово двухлористое по [3].

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

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бутанол-1 (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 готовят следующим образом: смешивают три объема хлороформа и два объема бутилового спирта.

Растворы фосфора известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации фосфора 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску фосфорнокислого калия массой 0,4394 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в объеме от 80 до 100 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации фосфора 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора А и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации фосфора 0,000002 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 20 см^3 раствора Б и доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью 100 см^3 переносят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 раствора фосфора В, доводят объем до 50 см^3 хлорной кислотой, разбавленной 1:9, приливают 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее выполняют анализ в соответствии с 4.4.2, если в качестве экстрагента используют смесь для экстракции или в соответствии с 4.4.3, если в качестве экстрагента используют изобутиловый спирт.

Масса фосфора в градуировочных растворах составляет 0,000002; 0,000004; 0,000008; 0,000012 и 0,000016 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан из кварцевого стекла или фторопласта вместимостью 250 см³.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей 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 навеске пробы приливают от 15 до 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют пять-шесть капель раствора марганцовокислого калия и растворяют при нагревании до температуры от 60 °С до 70 °С. Раствор упаривают до объема от 10 до 15 см³, приливают 5 см³ хлорной кислоты, нагревают в течение 10 мин и охлаждают. Приливают 30 см³ хлорной кислоты, разбавленной 1:9, нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до 50 см³ 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 см³ раствора молибденовокислого аммония, 20 см³ смеси для экстракции, встряхивают воронку 1 мин. После расслоения фаз органическую фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, к водной фазе приливают 5 см³ смеси для экстракции и промывают ее в течение 30 с. После расслоения фаз органическую фазу сливают в мерную колбу с органической фазой, водную фазу отбрасывают. К органической фазе приливают 5 см³ бутилового спирта, добавляют три-четыре капли раствора 1 двухлористого олова, доводят до метки бутиловым спиртом и измеряют светопоглощение раствора в соответствии с 4.4.4.

4.4.3 К раствору в делительной воронке приливают 3 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, через 10 мин приливают 10 см³ изобутилового спирта и встряхивают 1 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см³, а к водной фазе приливают 10 см³ изобутилового спирта и повторяют экстракцию. Водную фазу отбрасывают. К объединенной органической фазе приливают 15 см³ раствора 2 двухлористого олова и встряхивают воронку 1 мин. Водную фазу отбрасывают, а органическую фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³. Делительную воронку промывают от 5 до 10 см³ ацетона, присоединяя его к раствору в мерной колбе, доводят до метки ацетоном и измеряют светопоглощение в соответствии с 4.4.4.

4.4.4 Светопоглощение раствора пробы измеряют через 15 мин на спектрофотометре при длине волны 610 или 720 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 590 до 640 или от 700 до 740 нм в кюветах толщиной поглощающего слоя 3 см.

При проведении анализа по 4.4.2 в качестве раствора сравнения используют смесь 15 см³ хлороформа и 35 см³ бутилового спирта, при проведении анализа по 4.4.3 — смесь 20 см³ изобутилового спирта и 30 см³ ацетона.

По значению светопоглощения раствора пробы находят массу фосфора по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю фосфора в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_X - M_K)K}{M} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M_X — масса фосфора в растворе пробы, г;

M_K — масса фосфора в растворе контрольного опыта, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа приведены в таблице 1.

Таблица 2 — Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Массовая доля фосфора	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R	Расширенная неопределенность U ($k = 2$)
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

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

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

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.09.2015. Подписано в печать 08.10.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 34 экз. Зак. 3248.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru