УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения фосфора

Graphite. Method for determination of phosphorus

ГОСТ 17818.16—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения фосфора.

Сущность метода заключается в озолении навески графита, обработке золы смесью серной и азотной кислоты, отделении кремнезема фильтрованием и определении в фильтрате массовой доли фосфора в виде восстановленного комплексного соединения фосфорно-молибденовой гетерополикислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и 5 моль/дм^3 раствор, приготовленный следующим образом: к 730 см^3 воды осторожно, при перемешивании, приливают 270 см^3 кислоты (в термостойком стакане).

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь азотной и серной кислот в соотношении 1 : 2.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор концентрации 25 г/дм^3.

gost.e-ecolog.ru

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, раствор концентрации 100 г/дм³.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор концентрации 1 г/дм³; готовят небольшими порциями, годен в течение 3 суток.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации 200 г/дм³.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850, спиртовой раствор концентрации 0,5 г/100 см³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, дважды перекристаллизованный и высушенный при 105—110 °С.

Стандартный раствор фосфора: 1,0984 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в небольшом количестве воды в мерной колбе вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией фосфора 1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор фосфора: отбирают пипеткой 5 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией фосфора 0,01 мг/см³ (раствор Б).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Приготовление составного реагента**

К 70 см³ 5 моль/дм³ раствора серной кислоты приливают 50 см³ раствора молибденовокислого аммония. Перед применением к этой смеси приливают 30 см³ раствора сернокислого гидразина и перемешивают.

3.2. **Построение градуировочного графика**

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают бюреткой 0; 1; 3; 5; 7; 9; 11 и 13 см³ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,11 и 0,13 мг фосфора. Во все колбы приливают воды до половины объема и по 15 см³ составного реагента, доливают водой до метки, перемешивают и ставят на 10 мин в кипящую водяную баню. Затем колбы с раствором вынимают, охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 600—700 нм, в кювете с толщиной слоя раствора 10 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий фосфора. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску графита массой 2 г разравнивают по дну лодочки ровным слоем и сжигают в электропечи при температуре 900—

1000 °С до постоянной массы золы. Золу переносят в стакан вместимостью 100 см³, тщательно смывая остатки золы 10 см³ смеси азотной и серной кислот. Раствор подогревают, не допуская бурной реакции. Нагревание продолжают до просветления раствора и появления белых паров серного ангидрида.

Стакан с раствором охлаждают и постепенно приливают 7—10 см³ раствора сернокислого аммония и вновь нагревают. После появления густых обильных белых паров стакан снимают с плитки и охлаждают. Затем осторожно приливают около 20 см³ воды и кипятят в течение 3—5 мин.

К охлажденному раствору осторожно добавляют 20 см³ горячей воды и фильтруют через неплотный фильтр для отделения кремнезема. Фильтр с осадком промывают 3—4 раза водой. Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликвотную часть 10—20 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют одну каплю фенолфталеина, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления устойчивой окраски. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры.

К раствору в мерной колбе приливают 15 см³ составного реагента, доливают водой до метки перемешивают и ставят на кипящую водяную баню. Далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу фосфора в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю фосфора ($X_Р$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_Р = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,005 % при массовой доле фосфора до 0,1 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенкова, Л. А. Харланчева (руководитель темы), А. М. Набойщикова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 3769—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 5850—75	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3.2
ГОСТ 18300—87	2

gost.e-ecolog.ru