УДК 622.355.3 : 546.18.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МРАМОР

Метод определения содержания фосфора

Marble
Method for the determination of phosphorus

ГОСТ 23260.5—78

Взамен
ГОСТ 4416—73
в части п. 4.9

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2312 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на естественный мрамор в виде блоков, кусков, крошки, порошка и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания фосфора.

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения фосфора с раствором молибденованадиевой гетерополикислоты в азотнокислой среде и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания фосфора — по ГОСТ 23260.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72.

Аммоний ванадиевокислый по ГОСТ 9336—75.

Раствор молибденованадиевой гетерополикислоты, приготовленный следующим образом:

раствор А: 10 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 мл воды, нагревают до 50—60°С и при непрерывном перемешивании приливают 2 мл азотной кислоты. Если раствор мутный, его отфильтровывают;

раствор Б: 0,3 г ванадиевокислого аммония растворяют в

gost.e-ecolog.ru

50 мл воды, нагревают до 50—60°С, охлаждают и приливают 50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 3;

растворы А и Б смешивают, приливают 16 мл азотной кислоты. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой. Раствор годен 3—4 сут.

Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771—74.

Стандартные растворы фосфора, приготовленные следующим образом:

раствор 1: 0,3714 г фосфорнокислого аммония растворяют в 150—200 мл воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки, перемешивают и хранят в темном месте;

раствор 2: 25 мл раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора 2 содержит 0,01 мг фосфора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску мрамора массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают водой, прикрывают часовым стеклом и постепенно приливают 10 мл азотной кислоты. Затем стекло обмывают водой над стаканом и содержимое стакана выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 2,5 мл азотной кислоты, приливают 30 мл горячей воды и нагревают при перемешивании до растворения солей. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 мл, промывают нерастворимый остаток 3—4 раза горячей водой и отбрасывают.

К раствору приливают 8 мл раствора молибденованадиевой гетерополикислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—500 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта. По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание фосфора по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 мл отмеривают бюреткой 2, 4, 6, 8, 10, 20 и 30 мл стандартного раствора 2, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,2 и 0,3 мг фосфора. В каждую колбу приливают немного воды, по 2,5 мл азотной кислоты и по 8 мл раствора молибденованадиевой гетерополикислоты. Далее продолжают анализ, как указано в п. 3.2.

Для построения градуировочного графика берут среднее ариф-

метическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям фосфора строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

m — масса навески мрамора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при массовой доле фосфора до 0,02% при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,005%.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех последних параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru