

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 *n*-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 фиксана» 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, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
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.)