

Изменение № 2 ГОСТ 7619.9—81 Шпат плавиковый. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2164

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «а также молибдофосфатный фотометрический метод определения фосфора (см. приложение)»,

(Продолжение см. с. 66)

З Зак. 671

65

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.9—81)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность между результатами параллельных определений и результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 67)

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %	
	параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,050 вкл.	0,004	0,005
Св. 0,050 » 0,100 »	0,007	0,010
» 0,100 » 0,300 »	0,012	0,015
» 0,300 » 0,500 »	0,015	0,020

Стандарт дополнить приложением:

«ПРИЛОЖЕНИЕ

Молибдофосфатный фотометрический метод определения содержания фосфора (ИСО 6676—81)

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает молибдофосфатный фотометрический метод определения общего содержания фосфора в плавиковом шпате для производства плавиковой кислоты.

Метод распространяется на материалы с общим содержанием фосфора (выраженного как PO_4^{3-}) в пределах 0,02—1,0 % (по массе).

2. Ссылка

ГОСТ 7618—83. Концентраты плавиковошпатовые. Технические условия.

3. Сущность метода

Удаление двуокиси кремния обработкой навески вначале плавиковой, а затем серной кислотами. Растворение остатка и приготовление раствора для испытаний. Образование молибдофосфатного комплекса желтого цвета и фотометрическое измерение абсорбции комплекса после экстракции смесью *n*-бутанола и хлороформа при длине волны 330 нм.

4. Реактивы

В процессе выполнения анализа следует использовать реактивы только аналитической степени чистоты и только дистиллированную воду и воду эквивалентной чистоты.

4.1. Смесью растворителей, *n*-бутанол/хлороформ

Смешивают равные объемы этих двух растворителей.

Примечание. Эти реактивы при их вдыхании оказывают токсичное действие. Следует избегать попадание на кожу и в глаза.

4.2. Азотная кислота $\rho \sim 1,40$ г/см³, раствор 68 % (по массе).

4.3. Азотная кислота, раствор 315 г/дм³.

4.4. Серная кислота $\rho \sim 1,84$ г/см³, 96 %-ный раствор (по массе).

4.5. Плавиковая кислота, $\rho \sim 1,14$ г/см³, 40 %-ный раствор (по массе).

Примечание Плавиковая кислота оказывает чрезвычайно токсичное действие при вдыхании, при контакте с кожей, вызывает сильные ожоги. Сосуд следует хранить плотно закрытым в хорошо проветриваемом помещении. В случае попадания в глаза необходимо немедленно промыть большим количеством воды и обратиться к врачу. Работать с плавиковой кислотой следует

(Продолжение см. с. 68)

в соответствующей защитной одежде и в перчатках. В случае аварии, а также при недомогании следует немедленно обратиться к врачу (при возможности показать ярлык реактива).

4.6. Молибдат натрия, дигидрат ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), раствор 30 г/дм³.

4.7. Фосфор, стандартный раствор, соответствующий содержанию ионов PO_4^{3-} 0,100 г в 1 дм³.

Небольшое количество дигидрофосфата калия (KH_2PO_4) высушивают в печи (п. 5.1) при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 2 ч. Затем дают остыть в эксикаторе. Взвешивают (с точностью до 0,0002 г) 0,1433 г высушенного дигидрофосфата калия и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Растворяют в воде, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 100 мкг PO_4^{3-} .

4.8. Фосфор, стандартный раствор, соответствующий содержанию ионов PO_4^{3-} 0,010 г в 1 дм³.

100 см³ стандартного раствора (п. 4.7) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см³ такого стандартного раствора содержит 10 мкг PO_4^{3-} .

5. Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 5.1—5.5.
5.1. Электронная печь с устройством, позволяющим регулировать температуру $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$.

5.2. Платиновая чашка с диаметром приблизительно 90 мм.

5.3. Спектрофотометр или

5.4. Фотометр, снабженный светофильтрами, обеспечивающими максимум пропускания при длине волны около 330 нм.

5.5. Оптические кюветы, изготовленные из кварца, с длиной оптического пути 1,4 или 5 см.

6. Проба для анализа

В качестве пробы для анализа используют остаток после определения потери массы при 105°C .

7. Проведение анализа

7.1. Навеска

Несколько граммов пробы для анализа (разд. 6) истирают в агатовой ступке до прохождения через сито с размером отверстий 63 мкм (ИСО 565). Истертый материал сушат 2 ч в печи (п. 5.1) при $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, дают остыть в эксикаторе и отвешивают с точностью до 0,0002 г около 0,1 г навески в платиновую чашку (п. 5.2).

7.2. Контрольный опыт

Контрольный опыт следует проводить одновременно с анализом, следуя той же методике и используя те же количества всех реактивов, как и при анализе, но без навески.

7.3. Градуировочные графики подготавливают для двух пределов массовой доли фосфора (выраженного как PO_4^{3-}):

от 0,02 до 0,2 % (график А);

от 0,2 до 1,0 % (график В).

7.3.1. Подготовка стандартных растворов для колориметрии

В серию мерных колб вместимостью 500 см³ помещают указанные в таблице объемы стандартного раствора фосфора (п. 4.7 или п. 4.8):

(Продолжение см. с. 69)

Для градуировочного графика А		Для градуировочного графика В	
Стандартный раствор фосфора (п. 4.8), см ³	Соответствующая масса PO ₄ ³⁻ , мкг	Стандартный раствор фосфора (п. 4.7), см ³	Соответствующая масса PO ₄ ³⁻ , мкг
0*	0	0	0
2,0	20,0	2,0	200,0
5,0	50,0	4,0	400,0
10,0	100,0	6,0	600,0
15,0	150,0	8,0	800,0
20,0	200,0	10,0	1000,0

* Контрольный опыт на реактивы для градуировки.

Каждый из этих растворов обрабатывают следующим образом: разбавляют водой до объема примерно 200 см³, добавляют 50 см³ раствора кислоты (п. 4.3), 50 см³ раствора молибдата натрия (п. 4.6) разбавляют водой до метки и перемешивают. Аликвоту полученного раствора объемом 100,0 см³ переносят в делительную воронку на 200 см³, добавляют 20 см³ смеси растворителей (п. 4.1) и встряхивают в течение приблизительно 1 мин. После разделения фаз нижний слой отфильтровывают через фильтровальную бумагу в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстракцию и фильтрование повторяют с еще одной порцией смеси растворителей объемом 20 см³, после чего фильтровальную бумагу промывают несколькими кубическими сантиметрами смеси растворителей, собирая фильтрат в ту же колбу. Содержимое колбы разбавляют до метки со смесью растворителей и перемешивают.

7.3.2. Фотометрические измерения

Измерения проводят либо с помощью спектрофотометра (п. 5.3) при длине волны 330 нм, либо с помощью фотометра (п. 5.4) с соответствующими светофильтрами после настройки прибора на ноль абсорбции относительно смеси растворителей (п. 4.1). Для подготовки градуировочного графика А следует использовать кюветы с толщиной оптического слоя 4 или 5 см, а для подготовки градуировочного графика В — кюветы с толщиной оптического слоя 1 см. Из измеренных значений абсорбции стандартных растворов (п. 7.3.1) вычитают измеренное значение абсорбции раствора контрольного опыта.

7.3.3. Построение градуировочных графиков

Градуировочный график строят для каждого из двух диапазонов содержания фосфора в пробе для испытаний, откладывая на оси абсцисс массы PO₄³⁻ в микрограммах, содержащиеся в 500 см³ для каждого из стандартных растворов (п. 7.3.1), а по оси ординат соответствующие величины абсорбции с учетом поправки на абсорбции раствора контрольного опыта.

7.4. Определение

7.4.1. Подготовка раствора для анализа

Пробу для анализа (п. 7.1) обрабатывают в платиновой чашке (п. 5.2) следующим образом: добавляют 10 см³ раствора плавиковой кислоты (п. 4.5), осторожно выпаривают досуха на плитке в вытяжном шкафу с хорошей тягой и дают остыть. Эту операцию повторяют с еще одной порцией раствора плавиковой кислоты объемом 10 см³. Затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты (п. 4.4) и выпаривают до тех пор, пока содержимое чашки (п. 5.2) не станет лишь слегка влажным, дают остыть.

При необходимости устраняют любые органические примеси (признаком которых является коричневое окрашивание) добавлением нескольких капель

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619 9—81)

раствора азотной кислоты (п 4 2) и нагреванием. Содержимому снова дают остыть.

Далее добавляют 50 см³ раствора азотной кислоты (п. 4 3) и 50 см³ воды, осторожно нагревают в течение нескольких минут и количественно переносят содержимое платиновой чашки в стакан вместимостью 400 см³. Стакан нагревают и медленно кипятят в течение около 30 мин для растворения остатка. Содержимому дают остыть и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют примерно 200 см³ воды и затем добавляют 50 см³ раствора молибдата натрия (п. 4 6). Доводят до метки водой и перемешивают. Дают осесть осадку или отделяют его с помощью центрифуги.

Аликвоту этого раствора объемом 100,0 см³ переносят в делительную воронку вместимостью 200 см³ и, применяя смесь растворителей (п 4 1), производят экстракцию по методике, описанной в п 7 3 1.

7 4.2. Фотометрические измерения

Используя кюветы с толщиной оптического слоя 4 или 5 см для растворов с массовой долей PO_4^{3-} в диапазоне 0,02—0,2 % и кюветы с толщиной оптического слоя 1 см для раствора с массовой долей в диапазоне 0,2—1,0 %, производят фотометрическое измерение экстрактов, полученных из испытуемого раствора (п. 7 4 1), и экстракта из раствора контрольного опыта (п. 7 2), предварительно установив прибор на ноль абсорбции относительно смеси растворителей (п. 4 1)

8. Выражение результатов

С помощью соответствующего градуировочного графика определяют массы PO_4^{3-} в испытуемом растворе и в растворе контрольного опыта в соответствии с измеренными величинами абсорбции

Общую массовую долю фосфора в процентах PO_4^{3-} вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2)}{10^6} \cdot \frac{100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 7.1), г;

m_1 — масса PO_4^{3-} , содержащаяся согласно результатам анализа в 500 см³ испытуемого раствора (п 7 4 1), мкг,

m_2 — масса PO_4^{3-} , содержащаяся согласно результатам анализа в 500 см³ раствора контрольного опыта (п. 7.2), мкг.

9. Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать идентификацию пробы, ссылку на использованный метод; результаты и способ их выражения, любые особенности, отмеченные во время анализа; операции, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартом, на который дается ссылка, или рассматриваемые как необязательные.

(ИУС № 4 1992 г)