

ГОСТ

13938.3—78*

МЕДЬ

Метод определения фосфора

Copper. Method for the determination of phosphorus

[СТ СЭВ 927—78]

Взамен
ГОСТ 13938.3—68

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 января 1978 г. № 155 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.

до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в меди (при массовой доле фосфора от 0,0003 до 0,06%).

Метод основан на образовании фосфорно-молибдено-ванадиевой гетерополикислоты в 1 н. растворе азотной кислоты. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 400—413 или 440—453 нм в зависимости от содержания фосфора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 927—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13938.0—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 2:1.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, раствор 2,5 г/дм³; готовят следующим образом: 2,5 г ванадиевокислого ам-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



* Переиздание апрель 1982 г. с Изменением № 1, утвержденным в марте 1979 г. (ИУС 5—1979 г.)

мония растворяют в 650 см³ воды, добавляют 10 см³ азотной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78 раствор 100 г/дм³.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76 и раствор (1:9).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 320 г/дм³.

Медь по ГОСТ 859—78, марки МВЧк, М00к или М00б (с содержанием фосфора меньше 0,0005%).

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, высушенный при 80—90°С в течение 1 ч.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773—76, высушенный при 102—105°С.

Растворы фосфора стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,458 г двузамещенного фосфорнокислого натрия или 0,439 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 50—70 дм³ воды, добавляют 2 см³ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,025 мг фосфора.

Растворы А и Б свежеприготовленные.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение фосфора при массовой доле его менее 0,003%.

Навеску меди массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:1, при нагревании, не допуская кипения. После растворения пробы при слабом кипении удаляют окислы азота, не снимая часовое стекло. Раствор охлаждают, прибавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и оставляют раствор на 5 мин. Затем нагревают до кипения, кипятят в течение 1 мин и охлаждают до 30—40°С. Прибавляют 2 см³ перекиси водорода, разбавленной 1:9, кипятят в течение 1 мин, прибавляют 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и продолжают кипятить в течение 1 мин. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³. При постоянном перемешивании по каплям прибавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. После этого раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—413 нм в кюветах с толщиной поглощающего

слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор, содержащий 5 г меди и все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

Одновременно проводят два контрольных опыта: 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:1, выпаривают до 3—4 см³ и разбавляют 25 см³ воды. Затем добавляют 1 см³ раствора марганцовокислого калия и поступают так, как указано выше при определении фосфора в меди.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 3—4 см³ азотной кислоты, 25 см³ воды и 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония. Раствор кипятят в течение 1 мин, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают водой до метки.

Среднюю величину оптической плотности растворов контрольных опытов вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Количество фосфора устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 3.4.1.

3.2. Определение фосфора при массовой доле его от 0,002 до 0,006%

Определение проводят по п. 3.1, однако измерение оптической плотности раствора выполняют в кюветах с толщиной слоя 20 мм, а количество фосфора устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 3.4.2.

3.3. Определение фосфора при массовой доле его от 0,005 до 0,06%

Навеску меди массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 2:1, не доводя до кипения при нагревании. После растворения меди при слабом кипении удаляют окислы азота, не снимая часовое стекло. Прибавляют 2 мл перекиси водорода, разбавленной 1:9, и кипятят в течение 30 с, затем прибавляют 10 см³ раствора ванадиевокислого аммония и кипятят еще в течение 1 мин.

Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Прибавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония при непрерывном перемешивании. Раствор в мерной колбе немедленно доливают водой до метки и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор, содержащий 2 г меди (с массовой долей фосфора менее 0,0005%) и все реактивы.

Массу фосфора в растворе устанавливают по градуировочному графику, построенному как указано в п. 3.4.3.

3.4. Построение градуировочного графика

3.4.1. При массовой доле фосфора менее 0,003%

В мерные колбы вместимостью 50 мл помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 25;

50; 75; 100; 125 и 150 мкг фосфора, прибавляют 3—4 см³ азотной кислоты, доливают водой до объема 30—35 см³, приливают 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и доливают водой до метки. После прибавления каждого раствора и во время приливания раствора молибденовокислого аммония, содержимое колб хорошо перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 400—413 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно раствора без добавления фосфора.

3.4.2. При массовой доле фосфора от 0,002 до 0,006% поступают так же, как в п. 3.4.1, однако количество стандартного раствора Б составляет 0; 2; 4; 6; 8; 10 и 12 см³, что соответствует 0; 50; 100; 150; 200; 250 и 300 мкг фосфора.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 400—413 нм в кюветах с толщиной слоя 20 мм относительно раствора без добавления фосфора.

3.4.3. При массовой доле фосфора от 0,005 до 0,06% поступают так же, как в п. 3.4.1. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 100; 250; 500; 750; 1000 и 1200 мкг фосфора.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 440—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно раствора без добавления фосфора.

По значениям оптических плотностей, найденных в пп. 3.4.1—3.4.3, и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочные графики.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %		Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0003	до 0,001	0,0002
Св. 0,001	" 0,003	0,0003
" 0,003	" 0,01	0,0006
" 0,01	" 0,03	0,001
" 0,03	" 0,06	0,002

Информационные данные о соответствии ГОСТ 13938.3—78 и СТ СЭВ 927—78

Вводная часть ГОСТ 13938.3—78 соответствует вводной части и разд. 1 СТ СЭВ 927—78;

разд. 2 ГОСТ 13938.3—78 соответствует разд. 2 и 3 СТ СЭВ 927—78;

разд. 3 ГОСТ 13938.3—78 соответствует разд. 4 СТ СЭВ 927—78;

разд. 4 ГОСТ 13938.3—78 соответствует разд. 5 СТ СЭВ 927—78.

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 13938.3—78 Медь. Метод определения фосфора
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.04.83
№ 1732 срок введения установлен
с 01.01.84

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см³, л на дм³.

Раздел 2. Шестой абзац. Заменить слова: «раствор 320 г/л» на «раствор 0,2 моль/дм³ (1 н.)».

(Продолжение см. стр. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.3—78)

Пункт 3.1. Второй абзац после слов «не допуская кипения» дополнить словами: «(при необходимости кислоту добавлять порциями по 10 см³)».

Пункт 3.4.3. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции: «При массовой доле фосфора от 0,005 до 0,06 % в восьми стаканах вместимостью 250 см³ взвешивают по 2,00 г меди, прибавляют 0; 1,0; 2,5; 7,5; 10,0; 12,0; 13,0 см³ раствора А, что соответствует 0; 100; 250; 500; 750; 1000; 1200; 1300 мкг фосфора. Затем растворяют в 30 см³ азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3».

(ИУС № 7 1983 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 13938.3—78 Медь. Метод определения фосфора
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 05.06.85
№ 1588 срок введения установлен
с 01.11.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.
Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13938.0—78 на ГОСТ 25086—81.

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.3—78)

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений».

(ИУС № 8 1985 г.)

Изменение № 4 ГОСТ 13938.3—78 Медь. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.88 № 1225

Дата введения 01.01.89

Вводную часть после слова «меди» дополнить словами: «марок в соответствии с ГОСТ 859—78, за исключением М00к и М00б, и»; последний абзац исключить.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1—78.

Раздел 2. Второй абзац после слов «разбавленная 2:1» дополнить значениями: 1:1, 1:5;

четвертый абзац после слов «по ГОСТ 3765—78» дополнить словами: «перекристаллизованный раствор 100 г/дм³. Перекристаллизацию проводят следующим образом: навеску соли массой 100—120 г растворяют в 400 см³ воды при температуре 80 °С и дважды фильтруют горячий раствор через плотный фильтр «синяя лента». К раствору добавляют 250 г этилового спирта, охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний растворяют и снова перекристаллизовывают, фильтруют на воронку Бюхнера, промывают 2—3 раза этиловым спиртом по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе. Перед применением из перекристаллизованной соли готовят раствор следующим образом: 100 г соли растворяют в 700—800 см³ воды и добавляют 25—30 см³ аммиака. Перемешивают до растворения навески, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ через вату или бумажную массу, разбавляют водой до метки и перемешивают»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Медь по ГОСТ 859—78»;

последний абзац дополнить словами: «хранят в полиэтиленовой посуде»;

дополнить абзацами: «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87».

(Продолжение см. с. 74)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.3—78)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3а: «3.3а. Определение фосфора при массовой доле от 0,001 до 0,06 %.

Навеску меди массой 2,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 18—20 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 1:3 и нагревают до удаления окислов азота, не допуская кипения раствора. Затем добавляют 20—25 см³ воды и кипятят 3—4 мин. Охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³.

К полученному раствору приливают при перемешивании 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий молибденовокислого аммония.

Массу фосфора определяют по градуировочному графику».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0003 до 0,0010 вклю.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 до 0,0030 >	0,0003	0,0004
> 0,0030 > 0,0100 >	0,0006	0,0008
> 0,010 > 0,030 >	0,001	0,003
> 0,030 > 0,060 >	0,002	0,005

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. Допускается определение фосфора по ГОСТ 741.8—80 и ГОСТ 13047.5—81».

Справочное приложение исключить.

(ИУС № 7 1988 г.)