

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, графитодержащих 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

Фотоэлектроказиметр по ГОСТ 12083.

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

Подочки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и 5 моль/дм³ раствор, приготовленный следующим образом: к 730 см³ воды осторожно, при перемешивании, приливают 270 см³ 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/дм³.

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 ректифицированный по ГОСТ 18300.

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

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 водянную 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—