

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Метод определения фосфора

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination
of phosphorus

ГОСТ
23862.34—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ %) в редкоземельных металлах и их оксидах (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на образовании восстановленной формы фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим измерением оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.

Плитка электрическая.

Стаканы химические.

Колбы мерные.

Стекла часовые.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дополнительно перегнанная в кварцевом приборе.

Кислота аскорбиновая, 2%-ный раствор (свежеприготовленный).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 4%-ный раствор.

Калий сурьмяновиннокислый, 0,3%-ный раствор.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75. Стандартный раствор фосфора (запасной), содержащий 0,1 мг/мл фосфора, готовят растворением 0,0439 мг фосфорнокислого однозамещенного калия в воде и доводят объем раствора до метки водой в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Раствор фосфора (рабочий), содержащий 5 мкг/мл фосфора, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 20 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы окиси РЗМ массой 2 г или соответствующее количество металла, переведенного в окись по ГОСТ 23862.0—79, помещают в стакан вместимостью 100 мл и растворяют при умеренном нагревании в 25 мл соляной кислоты (1:1). Раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 15 мл воды с добавлением 3,5 мл соляной кислоты (1:1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объем водой до метки. Отбирают пипеткой 12,5 мл раствора и переводят в другую мерную колбу вместимостью 25 мл. В раствор приливают 0,6 мл раствора молибденовокислого аммония, обмывают горлышко колбы 3 мл воды, и далее приливают 1,2 мл раствора аскорбиновой кислоты и 0,2 мл раствора сурьмяновиннокислого калия. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают вращательным движением. Далее объем раствора доводят водой до метки, закрывают горлышко колбы кусочком кальки и тщательно перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\text{max}} \approx 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Раствор сравнения: к оставшейся в мерной колбе части раствора РЗЭ (12,5 мл) приливают 1,2 мл раствора аскорбиновой кислоты и доводят водой до метки (при анализе окисей неокрашенных РЗЭ в качестве раствора сравнения можно использовать воду).

Одновременно с анализом пробы проводят через все стадии контрольный опыт на реактивы. Масса фосфора в контрольном опыте должна не превышать 0,5 мкг.

Количество фосфора определяют по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 мл вводят по 0,10; 0,30; 0,50; 1,0; 2,0 мл раствора фосфора, содержащего 5 мкг/мл фосфора, приливают 15 мл воды, 1,7 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,6 мл раствора аммония молибденовокислого, обмывают гор-

лышко колбы 3 мл воды. Далее в колбу приливают 1,2 мл раствора аскорбиновой кислоты и 0,2 мл раствора сурьмяновиннокислого калия. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают вращательным движением. Далее объем раствора доводят водой до метки, закрывают горлышко колбы кусочком кальки и тщательно перемешивают. По истечении 5 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\text{max}} \approx 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, нанося на оси ординат значение оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу фосфора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса фосфора в аликвотной части раствора пробы, мкг;
 m_2 — масса фосфора в контрольном опыте, мкг;
 m — масса анализируемой пробы в аликвотной части раствора, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$
$3 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$