ГОСТ 14858.3—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'782.9'891—198:546.18.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения содержания фосфора

ГОСТ 14858.3—81

Silicocalcium.
Method for the determination of phosphorus content

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора при его массовой доле в силикокальции от 0,01 до 0,10 %.

Метод основан на реакции образования в солянокислой среде фосфорномолибденовой гетерополикислоты, последующем восстановлении ее двухвалентным железом в присутствии гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении его оптической плотности.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1965—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и плотностью 1,105 г/см^3; 560 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:19.

Кислота хлорная, раствор 57 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, раствор 96 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный раствор 5 г/дм^3.

Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при нагревании до температуры 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см^3 этилового спирта, хорошо перемешивают и через 1 ч фильтруют осадок под вакуумом через фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Квасцы железоаммонийные, раствор: 40 г соли растворяют в 1 дм^3 раствора серной кислоты.

Калий фосфорнокислый однозамещенный (KH_2PO_4) по ГОСТ 4198, свежеперекристаллизованный.

Стандартные растворы фосфора:

раствор А: 0,8787 г фосфорнокислого однозамещенного калия растворяют в 100 см^3 воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г фосфора;

раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора, готовят в день применения.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску силикокальция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают 10—15 см³ воды и осторожно, по каплям, добавляют азотную кислоту, одновременно перемешивая содержимое чашки. После прекращения вспенивания раствора добавляют еще 15 см³ азотной кислоты, а затем, по каплям, фтористоводородной кислоты до полного растворения навески. Добавляют в избыток еще 10 см³ фтористоводородной кислоты, чашку помещают на плиту и выпаривают раствор до объема 10—15 см³. К содержимому чашки добавляют 15 см³ раствора хлорной кислоты, обмывают стенки чашки водой и раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 10—15 мин. После охлаждения обмывают стенки чашки водой и повторяют выпаривание до появления паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 10 см³ соляной кислоты, 30 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают: по 25 см³ раствора при массовой доле фосфора до 0,05 % или 10 см³ при массовой доле его свыше 0,05 %. Растворы доливают водой до объема 30 см³, добавляют по 5 см³ раствора двойной сернокислой соли железа (III) и аммония, нейтрализуют аммиаком до выпадения гидроокиси железа, а затем прибавляют по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³ до растворения осадка. Добавляют по 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают до кипения. Растворы при этом должны полностью обесцветиться. Если растворы сохраняют желтоватую окраску, то добавляют по 2—3 капли раствора аммиака или, в случае появления мути, добавляют 2—3 капли соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. Растворы охлаждают и добавляют по 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. В одну из колб добавляют по каплям 8 см³ раствора молибденовокислого аммония и тщательно перемешивают в течение 1—1,5 мин до появления синей окраски. Оба раствора доливают до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 650 или 830 нм. Раствором сравнения служит раствор без добавления молибденовокислого аммония. Для восстановления фосфорномолибденовой гетерополикислоты допускается применять другие восстановители. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов. Массу фосфора (с учетом поправки контрольного опыта) находят по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор Б не вводится. Раствор этой колбы служит в качестве раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов и раствора сравнения.

В каждую колбу прибавляют по 25 см³ воды, 5 см³ раствора двойной сернокислой соли железа (III) и аммония. Растворы нейтрализуют аммиаком до выпадения в осадок гидроокиси железа, а затем прибавляют по каплям соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ до растворения осадка. Добавляют по 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта седьмой колбы.

По найденным значениям оптических плотностей (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график.

Раздел 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса фосфора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,008	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,006

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.Г. Мизин, В.Л. Зуева, П.Ф. Агафонов, Е.М. Познякова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартизации от 24.02.81 № 969

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.3—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

5. Постановлением Госстандарта от 02.10.91 № 1579 снято ограничение срока действия

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., октябре 1991 г. (ИУС 4—86, 12—91)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.99. Подписано в печать 20.05.99. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,40. Тираж 135 экз. С 2859. Зак. 440.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru