УДК 669.15 295-198:543.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОТИТАН

Метод определения фосфора

Ferrotitanium.
Method for determination of phosphorus

ГОСТ
14250.4—90

(СТ СЭВ 1236—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в ферротитане при массовой доле его от 0,02 до 0,2 %.

Метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевиной или ионами двухвалентного железа в присутствии хлорида гидроксиламина до соединения, окрашенного в синий цвет.

Мешающие определению элементы отделяют при щелочном сплавлении пробы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор плотностью 1,105 г/см³: 460 см³ соляной кислоты разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и перемешивают.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1 : 1.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/см³, свежеприготовленный.

Натрия пероксид.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Смесь для сплавления: натрия пероксид и калий-натрий углекислый смешивают в соотношении 3 : 1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм³. Хранят в полиэтиленовой посуде. В случае необходимости реактив перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до температуры 80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом отфильтровывают на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 30 см³ и высушивают на воздухе.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111, раствор 180 г/дм³ : 90 г азотнокислого железа растворяют в 400 см³ воды при нагревании, приливают 5 см³ азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит приблизительно 0,025 г железа.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 10 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 80 г/дм³.

Восстановительная смесь: 150 см³ раствора сернокислой меди смешивают с 700 см³ раствора тиомочевины. После отстаивания в течение 24 ч смесь фильтруют и осадок отбрасывают.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 или по ТУ 6—09—4138.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют 100 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Массовая концентрация фосфора в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродистый тигель, добавляют 4—5 г смеси для сплавления, перемешивают и сверху засыпают 1—2 г этой же сме-

си. Тигель нагревают при температуре 300—400°С до отставания содержимого тигля от стенок. Затем помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (600±25)°С, выдерживают до расплавления массы и еще — 5 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 100 см³ воды и выщелачивают плав без нагревания. Извлекают тигель из стакана, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. В стакан прибавляют 1 см³ спирта и кипятят раствор с осадком до разрушения пероксида натрия. После охлаждения переносят раствор с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют в сухую колбу через фильтр средней плотности. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Полученный раствор используют для определения фосфора по одному из вариантов, указанных в п. 3.2 или 3.3.

3.2. Восстановление фосфорномолибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии гидрохлорида гидроксиламина

3.2.1. В две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части, равные 25,0 или 50,0 см³, в зависимости от содержания фосфора, приливают по 3,0 см³ раствора азотнокислого железа и полностью растворяют выпавшие гидроксиды металлов, добавляя по каплям раствор соляной кислоты, прибавляют по 10 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, выдерживают при слабом нагревании до обесцвечивания растворов, затем нагревают до кипения.

Если растворы сохраняют желтую окраску, то добавляют 1—2 капли раствора аммиака. При появлении мути ее растворяют добавлением 1—2 капель раствора соляной кислоты.

Колбы с раствором охлаждают и приливают по 10,0 см³ раствора соляной кислоты. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 8,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 720 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 680 до 900 нм.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора, к которой добавлены все реактивы, за исключением молибденовокислого аммония.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора пробы.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 100 см³ помещают стандартный раствор Б фосфора согласно табл. 1. В одну колбу стандартный раствор не помещают.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см³	Масса навески пробы в фотометрируемом растворе, г	Объем стандартного раствора Б, см³
От 0,02 до 0,05 включ.	50	0,1	1—6
Св. 0,05 » 0,2 »	25	0,05	2—11

Во все колбы приливают по 3,0 см³ раствора азотнокислого железа, 20 см³ воды и раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график.

3.3. Восстановление фосфорномолибденовой гетерополикислоты с применением тиомочевины

3.3.1. В две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части раствора, равные 25,0 или 50,0 см³, в зависимости от содержания фосфора, доливают водой до объема 50 см³, приливают 3,0 см³ раствора азотнокислого железа, растворяют выпавший осадок, добавляя по каплям раствор соляной кислоты. После просветления раствора приливают 10,0 см³ раствора соляной кислоты. Обмывают стенки колб водой, приливают по 10 см³ восстановительной смеси, выдерживают до обесцвечивания раствора. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 8,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 680 до 880 нм.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора, в которую добавлены все реактивы, за исключением молибденовокислого аммония.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В ряд мерных колб вместимостью 100 см³ помещают стандартный раствор Б фосфора, согласно табл. 1. В одну колбу стандартный раствор не помещают.

Во все колбы приливают воду до объема 50 см³, по 3,0 см³ раствора нитрата железа, приливают раствор аммиака до начала выпадения осадка, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты, и еще по 10,0 см³ избыток. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,02 до 0,05 включ	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
Св. 0,5 » 0,10 »	0,007	0,009	0,007	0,009	0,004
» 0,1 » 0,2 »	0,010	0,012	0,010	0,013	0,006

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3750

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1236—89**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14250.4—80**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2
ГОСТ 4111—74	Разд. 2
ГОСТ 4165—78	Разд. 2
ГОСТ 4198—75	Разд. 2
ГОСТ 4332—76	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 6344—73	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru