ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.18.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 16412.2—80

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения фосфора

Iron powder. Methods for the determination of phosphorus

Взамен
ГОСТ 16412.2—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический (при массовой доле от 0,01 до 0,05%) и титриметрический (при массовой доле от 0,02 до 0,05%) методы определения фосфора в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии гидроксиламина до образования комплексного соединения молибденовой сини.

Для устранения влияния кремния, дающего аналогичный комплекс с молибденовокислым аммонием при кислотности раствора 0,06—0,2 н., восстановление фосфорномолибденового комплекса проводят при кислотности 0,5 н.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фотоколориметр ФЭК-56 или аналогичного типа, обеспечивающий такую же погрешность измерений.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Фильтры бумажные по нормативно-технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 2; 1 : 100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1; 1 : 2.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 5456—79, 2%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 или гидролизный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, 5%-ный раствор; 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 мл воды при 40°С, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют водой до метки и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония: 250 г реактива помещают в стакан вместимостью 1 л и растворяют в 400 мл воды при нагревании до 70—80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают к нему при помешивании 300 мл этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его на фильтр средней плотности «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 20%-ный раствор.

Магний хлористый по ГОСТ 4209—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Магнезиальная смесь; 50 г хлористого магния и 100 г хлористого аммония растворяют в 500 мл воды, прибавляют раствор аммиака до ощутимого запаха, оставляют раствор на 12 ч, затем отфильтровывают образовавшийся осадок на плотный фильтр «синяя лента». К фильтрату прибавляют соляную кислоту до кислой реакции по индикаторной бумаге Конго.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, стандартные растворы А и Б.

Раствор А: 0,8526 г реактива растворяют в 150—200 мл воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит около 0,0002 г фосфора.

Раствор Б: 50 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит около 0,00001 г фосфора.

Устанавливают титр стандартного раствора фосфорнокислого аммония: 50 мл раствора А наливают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 5 мл соляной кислоты и 20 мл магнезиальной смеси. Прибавляют раствор аммиака до появления запаха, охлаждают до температуры не выше 20°С, энергично перемешивают раствор стеклянной палочкой, добавляют еще 10 мл аммиака и оставляют на 12 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя

лента» с добавлением беззольной бумажной массы и промывают его 10—12 раз холодным раствором аммиака (1 : 100). Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1100±50°С.

Титр раствора фосфорнокислого аммония (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}2783}{V},$$

где

m_1 — масса тигля с осадком пирофосфорнокислого магния, г;

m_2 — масса тигля без осадка, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_4 — масса тигля без осадка контрольного опыта, г;

0,2783 — коэффициент пересчета пирофосфорнокислого магния на фосфор;

V — объем раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония, взятый для анализа, мл.

2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 20 мл азотной кислоты (1 : 2), 10 мл соляной кислоты (1 : 2) и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до состояния влажных солей, добавляют 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 2 и снова выпаривают до состояния влажных солей. Соли растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты (1 : 2), добавляют 30 мл воды и кипятят до удаления окислов азота. Отфильтровывают выделившуюся кремниевую кислоту через фильтр средней плотности «белая лента», содержащий небольшое количество бумажной массы. Осадок промывают 7—8 раз небольшими порциями азотной кислоты (1 : 100). Фильтр с осадком кремниевой кислоты отбрасывают. В растворе окисляют фосфор, добавляя по каплям при нагревании 1—2 мл марганцовокислого калия до выпадения бурого осадка двуокиси марганца. К кипящему раствору добавляют 10 мл соляной кислоты (1 : 2) и кипятят до растворения осадка двуокиси марганца. Раствор упаривают до 60—70 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 20 мл, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. Приливают раствор аммиака (1 : 1) до начала выпадения гидроокиси железа, которую затем растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1 : 1), приливают 10 мл гидроксиламина. Раствор медленно нагревают до кипения, при этом он должен стать бесцветным, охлаждают и приливают 10 мл соляной кислоты (1 : 1), затем медленно при непрерывном помешивании добавляют 8 мл раствора

молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре с красным светофильтром (λ_{max}=610 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, к которому добавлены все применяемые реактивы, за исключением раствора молибденовокислого аммония.

Массовую долю фосфора находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемому раствору и проведенным через все стадии анализа.

2.3.1. *Построение градуировочного графика*

В пять стаканов вместимостью 100 мл помещают навески карбонильного железа массой 0,1 г, приливают по 10 мл горячей азотной кислоты (1 : 2) и нагревают до полного растворения навески, после чего прибавляют по 20 мл воды и кипятят до удаления окислов азота. В каждый стакан помещают по 1, 2, 3, 4, 5 мл стандартного раствора фосфора (раствор Б), что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05% фосфора при исходной навеске пробы массой 0,5 г и аликвотной части 20 мл. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл, приливают раствор аммиака (1 : 1) до начала выпадения гидроокиси железа, которую растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1 : 1), приливают по 10 мл раствора гидроксиламина. Растворы нагревают до кипения; при этом они должны стать бесцветными. Охлаждают и приливают по 10 мл соляной кислоты (1 : 1), затем медленно, при непрерывном перемешивании, добавляют по 8 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре с красным светофильтром (λ_{max}= =610 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения служит навеска карбонильного железа, проведенная через все стадии анализа, в которую не добавлен стандартный раствор фосфора и раствор молибденовокислого аммония.

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

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

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,003
Св. 0,02 „ 0,05	0,004

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении окисленного до пятивалентного состояния фосфора в виде фосфоромолибдата аммония. Осадок фосфоромолибдата аммония растворяют в растворе гидроокиси натрия, избыток которой оттитровывают азотной кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фильтры бумажные по нормативно-технической документации.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 5%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Молибденовая жидкость: готовят смешением двух растворов; 36 г молибденовокислого аммония растворяют в 30 мл аммиака и 50 мл воды; 115 мл аммиака осторожно вливают в 575 мл азотной кислоты (1 : 1) и добавляют 230 мл воды. Полученные растворы охлаждают и смешивают, осторожно вливая первый раствор во второй при перемешивании и растворении образующейся белой мути. Раствор периодически охлаждают. Раствор выдерживают в течение 48 ч. Перед применением раствор фильтруют.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 или гидролизный.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор; 1 г фенолфталеина растворяют в 60 мл этилового спирта и смешивают с 40 мл воды.

Вода нейтральная: к 1 л дистиллированной воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч, приливают 5 мл 1%-ного раствора фенолфталеина и 5 мл титрованного раствора гидроокиси натрия. Затем к раствору медленно прибавляют титрованный раствор азотной кислоты до исчезновения розовой окраски. 50 мл нейтрализованной воды должны окраситься в розовый цвет от прибавления одной капли титрованного раствора гидроокиси натрия.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—78.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, 5%-ный раствор.

Известь натронная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, титрованный раствор: 33 г гидроокиси натрия растворяют в 10 л воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. К раствору добавляют 3—5 мл 1%-ного раствора гидрата окиси бария и выдерживают 36 ч до полного оседания образовавшегося

осадка углекислого бария. Раствор хранят в бутыли, закрытой резиновой пробкой с двумя отверстиями: в одно из них вставлен поглотитель с натронной известью, в другое — сифонная трубка с краном, не доходящая до дна бутыли на 0,5 см с загнутым кверху концом.

Прозрачный раствор сифонируют в другую бутыль. Раствор хранят в бутыли, закрытой резиновой пробкой с двумя отверстиями, в одно из них вставлен поглотитель с натронной известью, в другое — сифонная трубка с краном.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, титрованный раствор; 50 мл азотной кислоты помещают в бутыль и разбавляют до 10 л водой, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. 1 мл раствора азотной кислоты должен примерно соответствовать 1 мл титрованного раствора гидроокиси натрия.

Устанавливают соотношение титрованного раствора гидроокиси натрия и азотной кислоты; в коническую колбу вместимостью 250 мл наливают из бюретки 25 мл раствора гидроокиси натрия, прибавляют 25 мл нейтральной воды и титруют азотной кислотой до исчезновения розовой окраски.

Соотношение титрованного раствора гидроокиси натрия и азотной кислоты (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, взятый для титрования, мл;

V_2 — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование, мл.

Титр раствора гидроокиси натрия устанавливают по навеске стандартного образца стали с известным содержанием фосфора, близкого по составу к анализируемому образцу, проводя все стадии анализа, указанные в п. 3.3.

Титр раствора гидроокиси натрия (T), выраженный в г/мл фосфора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C_{ст} \cdot m}{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 100},$$

где $C_{ст}$ — массовая доля фосфора в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца стали, г;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, мл;

V_2 — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, с учетом объ-

ема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, мл;

K — соотношение между титрованными растворами гидроокиси натрия и азотной кислоты.

3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 2 г помещают в стакан вместимостью 400 мл, прибавляют 70—80 мл азотной кислоты (1 : 2) и растворяют при нагревании в течение 5 мин. Добавляют 10 мл соляной кислоты, нагревают до растворения и упаривают раствор до состояния влажных солей. Затем прибавляют 10 мл азотной кислоты и вновь выпаривают раствор до состояния влажных солей. Прибавляют еще 10 мл азотной кислоты, 30 мл воды и нагревают до растворения солей. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают его 5—6 раз горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 250 мл, нагревают его до кипения, добавляют 5—10 мл раствора марганцовокислого калия и кипятят до выделения бурого осадка двуокиси марганца. Приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до полного растворения осадка и кипятят до удаления окислов азота.

Раствор охлаждают, прибавляют к нему раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроокиси железа, который растворяют в азотной кислоте, прибавляя ее по каплям. Раствор нагревают до 50—60°С, прибавляют 50 мл молибденовой жидкости и встряхивают содержимое колбы в течение 5 мин до выпадения желтого осадка фосфоромолибдата аммония. Осадку дают отстояться в течение 3 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента» с добавлением бумажной массы. Колбу, в которой производилось осаждение, и осадок на фильтре промывают 6—7 раз азотной кислотой (1 : 100) для удаления железа (проверка фильтрата с раствором роданистого калия). Затем осадок промывают 6—7 раз раствором азотнокислого калия до удаления свободной азотной кислоты. Полноту удаления азотной кислоты проверяют следующим образом: собирают в пробирку 0,4—0,5 мл стекающей промывной жидкости, приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и одну каплю титрованного раствора гидроокиси натрия. Если осадок отмыт, жидкость в пробирке должна окраситься в красный цвет.

Фильтр с осадком помещают в колбу, в которой проводилось осаждение, прибавляют 25 мл нейтральной воды, 0,2—0,3 мл (4—6 капель) раствора фенолфталеина, разрывают фильтр стеклянной палочкой и взбалтывают содержимое колбы. Затем приливают титрованный раствор гидроокиси натрия до появления красной окраски и взбалтывают содержимое колбы до растворения осадка. После растворения осадка раствор должен иметь

розовую окраску. Прибавляют 10 мл титрованного раствора гидроокиси натрия и титруют избыток щелочи титрованным раствором азотной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание фосфора в реактивах. К фильтрату с осадком контрольного опыта приливают 25 мл нейтральной воды и 25 мл титрованного раствора гидроокиси натрия и после растворения осадка оттитровывают избыток щелочи титрованным раствором азотной кислоты.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, мл;

V_2 — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, с учетом объема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, мл;

K — соотношение между титрованными растворами гидроокиси натрия и азотной кислоты, мл;

T — титр раствора гидроокиси натрия, выраженный в г/мл фосфора;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru