ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОТИТАН

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 14250.1-80—ГОСТ 14250.11-80
(СТ СЭВ 1232-78—СТ СЭВ 1238-78, СТ СЭВ 4524-84—СТ СЭВ 4527-84)

Издание официальное

Цена 30 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'295—198:546.18.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.4—80

(СТ СЭВ 1236—78)

Взамен ГОСТ 14250.4—69

ФЕРРОТИТАН

Метод определения фосфора

Ferrotitanium. Method for determination of phosphorus

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 марта 1980 г. № 1172 срок действия установлен

с 01.07.80
до 01.07.86

Неблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,05 до 0,15%) в ферротитане.

Метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина или тиомочевины до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Интенсивность окраски раствора пропорциональна содержанию фосфора. Мешающие определению элементы отделяют при щелочном сплавлении пробы.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1236—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1985 г.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор плотностью 1,105 г/см^3. 560 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

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

Аммиак по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

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

Натрия перекись.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор. В случае необходимости перекристаллизовывают следующим образом: 250 г реактива растворяют в 400 см^3 воды при нагревании до температуры 70—80°С, раствор фильтруют через два плотных фильтра, охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см^3 этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч, после чего отфильтровывают его (при отсасывании) на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера.

Осадок промывают два-три раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Железо азотнокислое по ГОСТ 4111—74, 18%-ный раствор: 90 г реактива растворяют в 400 см^3 воды при нагревании, приливают 5 см^3 азотной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 содержит 0,025 г железа.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор: 4,5 г сернокислой меди помещают в колбу вместимостью 3 дм^3 и растворяют в 500 см^3 горячей воды.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор: 168 г тиомочевины помещают в колбу вместимостью 3 дм^3 и растворяют в 2 дм^3 горячей воды.

Смесь восстановительная: раствор тиомочевины тонкой струей приливают в раствор сернокислой меди, перемешивают. Смесь оставляют на двое суток. Образовавшийся осадок отфильтровывают через три фильтра. Прозрачную восстановительную смесь используют для определения фосфора.

Калий фосфорнокислый по ГОСТ 10075—75.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 100 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферротитана массой 0,5 г, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, вводят в тигель, куда предварительно помещены 5—6 г перекиси натрия, тщательно перемешивают, сверху прибавляют 1—2 г перекиси натрия, накрывают крышкой и спекают смесь при температуре от 400 до 500°С, а затем сплавляют при 800±25°С в течение 3—5 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 100—150 см³ горячей воды; 3—4 см³ спирта и выщелачивают плав при нагревании. Содержимое стакана кипятят 4—5 мин до разрушения перекиси водорода, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор пробы фильтруют в сухие колбы через два фильтра средней плотности. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Полученный раствор используют для определения фосфора (п. 3.1.1 или 3.1.2), используя в качестве восстановителя ионы двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина или тиомочевины.

3.1.1. При восстановлении фосфорномолибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина в две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части, равные 25 или 50 см³, приливают 2 см³ раствора азотнокислого железа и полностью растворяют выпавшие гидроокиси металлов, добавляя из бюретки раствор соляной кислоты, прибавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают до кипения. Раствор при этом должен быть бесцветным.

Если раствор сохраняет желтую окраску, добавляют 1—2 капли раствора аммиака. При появлении мути ее растворяют добавлением 1—2 капель раствора соляной кислоты, плотностью 1,105 г/см³.

Колбу с раствором охлаждают и приливают 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 8 см³ раствора молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают в те-

чение 1—2 мин до появления голубой окраски, выдерживают в течение 3 мин, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10 мин изменяют величину оптической плотности анализируемого раствора на спектрофотометре при длине волны 810 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в области светопропускания от 620 до 700 нм.

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

3.1.2. При восстановлении фосфорномолибденовой гетерополикислоты с применением восстановительной смеси в две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части раствора, равные 25 или 50 см³, доливают водой до объема 50 см³, приливают 2 см³ раствора азотнокислого железа и полностью растворяют выпавшие в осадок гидроокиси металлов, добавляя из бюретки раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. После приливания раствора соляной кислоты раствор становится прозрачным, но сохраняет бурую окраску и через 10—15 мин светлеет. После этого приливают 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ в избыток. Обмывают стенки колбы водой и приливают 10 см³ восстановительной смеси, дают постоять до полного обесцвечивания раствора. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 5 см³ молибденовокислого аммония. Раствор перемешивают в течение 1—2 мин до появления голубой окраски, выдерживают в течение 3 мин, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 10 мин измеряют величину оптической плотности анализируемого раствора. В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора в которую добавлены все реактивы, за исключением аммония молибденовокислого.

Содержание фосфора (с учетом поправки контрольного опыта) находят по градуировочному графику.

3.2. Для построения калибровочного графика в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора Б. Восьмая мерная колба служит для проведения контрольного опыта на содержание фосфора в реактивах.

В каждую колбу приливают по 2 см³ раствора азотнокислого железа, по 20 см³ воды и раствор аммиака (1:1) до начала выпадения гидроокиси железа, которую затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³.

После этого приливают по 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают растворы до кипения, при этом они должны быть бесцветными.

Если раствор сохраняет желтоватую окраску, добавляют 1—2 капли раствора аммиака. При появлении мути ее растворяют добавлением 1—3 капель раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³.

Раствор охлаждают, приливают по 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ и по каплям (при непрерывном перемешивании) по 8 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают в течение 1—2 мин до появления голубой окраски, выдерживают в течение 3 мин, добавляют до метки водой и снова перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.1.2.

В качестве раствора сравнения служит раствор в восьмой колбе, не содержащий фосфора.

В случае восстановления фосфорномолибденовой гетерополикислоты с применением тиомочевины в семь мерных колб вместимостью по 10 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора Б. Восьмая колба служит для проведения контрольного опыта на содержание фосфора в реактивах. Затем во все колбы приливают воды до объема 50 см³, по 2 см³ раствора азотнокислого железа, приливают аммиак до начала выпадения гидроокиси железа, которую затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ и приливают 10 см³ его в избыток. Приливают 10 см³ восстановительной смеси и дают постоять 8—10 мин до полного обесцвечивания раствора. Затем медленно из бюретки приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, доливают до метки водой и перемешивают.

Растворы выдерживают в течение 10 мин до полного развития окраски, затем измеряют величину оптической плотности раствора, как указано в п. 3.1.2.

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

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, найденная по градуировочному графику, г;

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

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

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,07	0,008
» 0,07 » 0,15	0,01

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14250.1—80 Ферротитан. Метод определения титана . . . 1
ГОСТ 14250.2—80 Ферротитан. Методы определения углерода . . . 7
ГОСТ 14250.3—80 Ферротитан. Метод определения серы 29
ГОСТ 14250.4—80 Ферротитан. Метод определения фосфора . . . 35
ГОСТ 14250.5—80 Ферротитан. Методы определения меди 41
ГОСТ 14250.6—80 Ферротитан. Метод определения алюминия . . . 49
ГОСТ 14250.7—80 Ферротитан. Метод определения кремния . . . 54
ГОСТ 14250.8—80 Ферротитан. Метод определения ванадия . . . 58
ГОСТ 14250.9—80 Ферротитан. Метод определения молибдена . . 66
ГОСТ 14250.10—80 Ферротитан. Метод определения олова 75
ГОСТ 14250.11—80 Ферротитан. Метод определения циркония . . . 83

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *В. В. Лобачева*

Сдано в наб. 19.06.85 Подп. в печ. 13.11.85 5,75 п. л. 5,88 усл. кр.-отт. 5,77 уч.-изд. л. Тир. 16000 Цена 30 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2237

gost.e-ecolog.ru