МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 **ПОДГОТОВЛЕН** Российской Федерацией — Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 **ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 17 февраля 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 14.06.95 № 300 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639.6—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 **ВЗАМЕН ГОСТ 21639.6—76**

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5 Проведение анализа 3
6 Обработка результатов 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Fluxes for electroslag remelting
Method for determination of phosphorus

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в флюсах для электрошлакового переплава при массовой доле от 0,002 до 0,04 %.

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновиннокислого калия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Калий углекислый-натрий углекислый. Техни-

Издание официальное

ческие условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 21639.0—93 Флюсы для электрошлакового переплава. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21639.0.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000 °С.

Кислота хлорная, раствор с массовой концентрацией 1510 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 5:95.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Калий углекислый-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрия перекись.

Железо (III) азотнокислое 9-водное раствор с массовой концентрацией 180 г/дм^3: 180 г реактива растворяют при нагревании в 300—400 см^3 воды с добавлением 5 см^3 азотной кислоты, отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор (перекристаллизованный) с массовой концентрацией 50 г/дм^3: 250 г реактива растворяют в 400 см^3 воды при температуре 80 °С. Раствор фильтруют на плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см^3 этилового спирта, хорошо перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом фильтруют на фильтр средней плотности, помещенный

в воронку Бюхнера. Затем осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают.

1,74 г перекристаллизованного молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ воды, приливают 20,8 см³ серной кислоты, охлаждают, доливают водой до объема 250 см³ и перемешивают.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор с массовой концентрацией 3 г/дм³.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при температуре 100—110 °С, растворяют в воде, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

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

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Разложение флюса проводят двумя методами.

Метод I

Навеску флюса массой 0,5 г помещают в стеклоуглеродистый тигель, смешивают с 1,5 г углекислого калия — углекислого натрия, прибавляют восьмикратное количество перекиси натрия и сплавляют сначала в менее горячей зоне муфеля, перемешивая содержимое тигля до расплавления массы, затем выдерживают при температуре 650—700 °С в течение 1—2 мин.

После этого тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ и выщелачивают плав в 100—150 см³ воды. Затем тигель обмывают, удаляют. В стакан осторожно приливают соляную кислоту до растворения гидроокисей металла, кипятят, приливают 2 см³ азотнокислого железа, 20 см³ хлористого аммония, нагревают до температуры 70—80 °С и приливают аммиак до полного выделения осадка гидроокисей.

Осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячим раствором хлористого аммония. Струей воды переносят осадок в стакан, в котором проводилось осаждение, обмывают фильтр 20 см³ кипящей соляной кислоты 1:1 и промывают 5—6 раз горячей водой.

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

Метод II

Навеску флюса массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ смеси азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 и умеренно наагревают до растворения пробы. Раствор выпаривают досуха, затем приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха, эту операцию повторяют.

Соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты при слабом нагревании, приливают 20 см³ воды и фильтруют через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 200 см³. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты 5:95 и водой. Фильтрат сохраняют — основной раствор.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 800—900 °С. Тигель с осадком охлаждают, прибавляют 2—3 капли воды, 3—5 капель серной кислоты 1:1, 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле сплавляют с 1 г углекислого натрия при температуре 950—1000 °С. После этого тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и выщелачивают плав в 60 см³ воды. Содержимое стакана соединяют с основным раствором, упаривают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора в зависимости от массовой доли фосфора, указанной в таблице 1, в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают до обильных паров хлорной кислоты. К остатку приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, приливают 5 см³ молибденовокислого аммония, 5 см³ аскорбиновой кислоты и 1 см³ сурьмяновиннокислого калия. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 1 — **Объем аликвотной части раствора**

Массовая доля фосфора, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,002 до 0,005 включ	50
Св. 0,005 » 0,01 »	20
» 0,01 » 0,04 »	10

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют через 5—10 мин на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 620 до 670 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массу фосфора по градуировочному графику.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми конических колб вместимостью по 100 см³ отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000015; 0,000020; 0,000025; 0,000030 и 0,000040 г фосфора. В каждую колбу приливают по 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают до обильных паров хлорной кислоты. К остатку приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, приливают 5 см³ молибденовокислого аммония, 5 см³ аскорбиновой кислоты и 1 см³ сурьмяновиннокислого калия. Растворы переливают в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют, как указано в 5.1. Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса фосфора в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

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

6.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в таблице 2.

Таблица 2 — **Нормативы контроля точности**

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %				
	погрешности результатов анализа, Δ	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 0,002 до 0,005 вкл.	0,0017	0,0022	0,0018	0,0022	0,0011
Св. 0,005 » 0,01 »	0,0024	0,0030	0,0025	0,0031	0,0016
» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,004	0,005	0,002
» 0,02 » 0,04 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004

УДК 66.046.52:546.18:006.354 ОКС 71.040.040 В09 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, методы определения фосфора, аппаратура, реактивы, растворы, массовая доля

gost.e-ecolog.ru