ГОСТ 16591.5—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией, Техническим комитетом ТК 8 «Ферросплавы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1994 г. (протокол № 6—94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21.06.95 № 313 Межгосударственный стандарт ГОСТ 16591.5—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 16591.5—71

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ
Метод определения фосфора

Ferrosilicomanganese. Method for determination of phosphorus

Дата введения 1996—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в ферросиликомарганце при массовой доле фосфора от 0,025 до 0,7 %. Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевиной в присутствии солянокислой меди или ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина до соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении его оптической плотности.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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 хлористый. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

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

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1 : 1.

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 25 г/дм^3.

Буферный раствор: к 1 дм^3 раствора хлористого аммония прибавляют 100 см^3 соляной кислоты и перемешивают.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 80 г/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 10 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 100 г/дм^3.

Квасцы железоаммонийные, раствор: 173 г реактива растворяют при нагревании в 500 см^3 воды, содержащей 10—30 см^3 соляной кислоты, фильтруют и разбавляют водой до 1 дм^3.

Восстановительная смесь: 150 см^3 раствора сернокислой меди

смешивают с 700 см³ раствора тиомочевины. Смесь выдерживают в течение 24 ч и отфильтровывают.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор 50 г/дм³.

Молибденовокислый аммоний перекристаллизовывают: 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 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 20—30 см³ и высушивают на воздухе.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А: 0,4394 г фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при температуре (105±5) °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят 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 до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б готовят перед применением.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Навеску пробы массой 0,5 г при массовой доле фосфора до 0,3 % и 0,2 г при массовой доле фосфора свыше 0,3 % помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты, 10 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ хлорной кислоты, нагревают и выпаривают содержимое чашки досуха. После охлаждения прибавляют 20 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем прибавляют 10 см³ соляной кислоты, 40—50 см³ воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и при необходимости фильтруют через плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Полученный раствор используют для определения фосфора по одному из вариантов, указанных в п. 5.2 или 5.3.

5.2 Восстановление фосфорно-молибденовой гетерополикислоты тиомочевиной в присутствии сернокислой меди

5.2.1 В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть раствора 5,0—25,0 см³, содержащую 20—80 мкг фосфора, приливают 50 см³ буферного раствора, 10 см³ восстановительной смеси и выдерживают до обесцвечивания раствора. Затем по каплям при непрерывном перемешивании прибавляют 8,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. После этого разбавляют раствор водой до метки и перемешивают.

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

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта, и проведенным через все стадии анализа.

5.2.2 *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 и 0,00008 г фосфора. В седьмую колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую из 7 колб прибавляют 50 см³ буферного раствора, 10 см³ восстановительной смеси и далее анализ проводят, как указано в 5.2.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор фосфора.

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

5.3 Восстановление фосфорно-молибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина

5.3.1 В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть раствора 5,0—25,0 см³, содержащую 20—80 мкг фосфора, прибавляют 3,0 см³ раствора железоаммонийных квасцов или хлорного железа и раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который растворяют, добавляя по кап-

лям раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³, избегая избытка, прибавляют воду до объема 60 см³, затем прибавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, выдерживают при слабом нагревании до обесцвечивания раствора, затем нагревают до кипения.

Если раствор сохраняет желтую окраску, добавляют 1—2 капли раствора аммиака. Бесцветный раствор охлаждают, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³. Затем по каплям при непрерывном перемешивании прибавляют 8,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин.

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

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

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта и проведенным через все стадии анализа.

5.3.2 *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 и 0,00008 г фосфора. В седьмую колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую из 7 колб прибавляют по 3,0 см³ раствора железоаммонийных квасцов или хлорного железа, 20 см³ воды и по каплям раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³, избегая избытка. Содержимое колб разбавляют водой до 60 см³ и далее анализ продолжают, как указано в 5.3.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор фосфора.

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

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю фосфора X, %, определяют методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

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

6.2 Массовую долю фосфора X_1, %, определяемую методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\hat{A}(D-D_1)}{(D_2-D_1)}, \qquad (2)$$

где $\hat{A}$ — аттестованное значение массовой доли фосфора в стандартном образце, %;

D — значение оптической плотности раствора пробы;

D_1 — значение оптической плотности раствора контрольного опыта;

D_2 — значение оптической плотности раствора стандартного образца.

6.3 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормы точности

Массовая доля фосфора, %	Погрешность результатов анализа, Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,025 до 0,05 включ.	0,006	0,007	0,006	0,008	0,004
Св. 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01	0,009	0,011	0,005
» 0,1 » 0,2 »	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01
» 0,2 » 0,5 »	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
» 0,5 » 0,7 »	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02

УДК 669.15,782.9,74—198:546.711:006.354 ОКС 77.100 В 19
ОКСТУ 0809

Ключевые слова: ферросиликомарганец, определение, анализ, фосфор

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*

Сдано в набор 31.07.95. Подп. в печать 10.10.95. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70.
Уч.-изд. л. 0,57. Тир. 200 экз. С 2888.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
ЛР № 021007 от 10.08.95
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1808
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru