МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'781—198:546.18.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

Метод определения фосфора

ГОСТ 14021.5—78

Feffoboron.
Method for the determination of phosphorus

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,004 до 0,04 %) в ферроборе, предназначенном для легирования сталей и сплавов.

Метод с применением двухвалентного железа основан на окислении фосфора марганцовокислым калием, образовании желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии сернистокислого натрия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности на спектрофотометре при длине волны 830 или 880 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с диаметром частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 5 : 95.

Кислота соляная плотностью 1,105 г/см^3; готовят следующим образом: 566 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

Смесь кислот, азотной и соляной 1 : 3, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор с массовой долей 4 %, свежеприготовленный.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 4 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %;

готовят в случае необходимости из перекристаллизованной соли: 250 г реактива растворяют в 400 см^3 воды при нагревании до 70—80 °С, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при помешивании 300 см^3 этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его (при отсасывании) на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают два-три раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Железо азотнокислое, раствор с массовой долей 18 %; готовят следующим образом: 180 г девятиводного реактива растворяют при нагревании в 300—400 см^3 воды с добавлением 5 см^3 азотной кислоты, отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит приблизительно 0,025 г железа.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при температуре 105 °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор Б готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферробора массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, прибавляют 40—50 см^3 смеси концентрированной азотной и соляной кислот (1 : 3), нагревают до полного растворения.

Раствор переводят в азотнокислый. Для этого раствор выпаривают почти досуха, дважды обрабатывают 10 см^3 азотной кислоты, выпаривая после каждой обработки до сиропообразного состояния. Соли растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, затем приливают 40—50 см^3 горячей воды. В кипящий раствор прибавляют 5 см^3 перманганата калия и кипятят до образования бурого осадка двуокиси марганца. Осадок растворяют, прибавляя к горячему раствору по каплям соляную кислоту плотностью 1,19 г/см^3. Раствор выпаривают досуха, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 и вновь выпаривают досуха. Соли растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, добавляют 50 см^3 воды и отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр «белая лента», содержащий небольшое количество беззольной мацерированной бумаги. Осадок на фильтре промывают 10 раз соляной кислотой, разбавленной 5 : 95. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают. Осадок смачивают двумя-тремя каплями воды, добавляют три-четыре капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—6 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля до удаления серной кислоты.

Остаток в тигле сплавляют с 1—2 г углекислого калия-натрия при 950—1000 °С. Плав выщелачивают водой при кипячении, присоединяют к основному раствору. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. Аликвотную часть раствора при массовой доле фосфора от 0,004 до 0,008 % — 20 см^3; при массовой доле фосфора св. 0,008 до 0,04 % — 10 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, нейтрализуют аммиаком до образования осадка гидроокиси железа, который растворяют, прибавляя по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см^3, приливая 2 см^3 избытка, затем приливают 25 см^3 раствора сернистокислого натрия и нагревают до кипения; красно-коричневый цвет раствора переходит в бесцветный. Колбу с раствором охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,105 г/см^3 для создания кислотности. Приливают по каплям при непрерывном перемешивании 8 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую

плотность анализируемого раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (при длине волны от 640 до 900 нм) или спектрофотометре (при длине волны 830 или 880 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.

3.2. Для построения градуировочного графика при массовой доле фосфора от 0,004 до 0,008 % в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000008; 0,000010; 0,000012; 0,000014; 0,000016 г фосфора.

Во все шесть колб приливают по 4 см^3 раствора азотнокислого железа, по 20 см^3 воды и раствор аммиака, разбавленный 1:1, до начала выделения гидроокиси железа, которую затем растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см^3.

К растворам приливают по 25 см^3 раствора с массовой долей 4% сернистокислого натрия, нагревают до кипения. При этом растворы должны обесцветиться.

Растворы охлаждают в струе проточной воды, приливают по 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,105 г/см^3, перемешивают и добавляют по каплям из бюретки при непрерывном перемешивании 8 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Доводят водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Для построения градуировочного графика при массовой доле фосфора св. 0,008 до 0,04 % в шесть из семи мерных колб вместимостью до 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000050 г фосфора.

Во все семь колб приливают по 4 см^3 раствора азотнокислого железа и далее поступают, как указано в п. 3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли фосфора приведены в таблице 1

Таблица 1

%

Массовая доля фосфора	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,004 до 0,010 включ.	0,0022	0,0028	0,0023	0,0028	0,0014
Св. 0,010 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,02 » 0,04 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

5.1. Сущность метода

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 на спектрофотометре при длине волны 830 или 880 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор: 1,74 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 воды, приливают 20,8 см^3 серной кислоты, охлаждают и доводят водой до объема 250 см^3.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат калия), раствор с массовой долей 0,3 %.

Железо металлическое, с массовой долей не более 0,001 % фосфора, раствор: 1 г железа помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 30 см^3 азотной кислоты (1:1). После растворения добавляют 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, содержимое стакана нагревают, приливают от 25 до 30 см^3 воды, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,002 г железа.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора готовят по разд. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску ферробора массой, указанной в табл. 2, помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, добавляют 10 см^3 азотной кислоты (1:1), затем осторожно, по каплям, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и 10 см^3 хлорной кислоты. Растворение ведут при нагревании. Содержимое чашки выпаривают до прекращения выделения белых паров хлорной кислоты, затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1), нагревают содержимое чашки, приливают от 50 до 60 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через двойной плотный сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от ожидаемого содержания фосфора в пробе аликвотные части берут в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, см^3
От 0,004 до 0,01	2	25
Св. 0,01 » 0,02	1	20
» 0,02 » 0,04	1	20

Затем аликвотную часть раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 1 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных паров хлорной кислоты. К остатку приливают 50 см^3 воды, кипятят содержимое колбы, охлаждают, затем приливают 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 1 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия, после прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через

10 мин раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 830 или 880 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти стаканов вместимостью по 100 $см^3$ приливают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 и 0,00008 г фосфора. В каждый стакан приливают по 5 $см^3$ раствора железа, по 1 $см^3$ хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных паров хлорной кислоты. Растворы охлаждают, приливают по 50 $см^3$ воды, кипятят содержимое стаканов, затем охлаждают, приливают по 5 $см^3$ молибденовокислого аммония, по 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и по 1 $см^3$ раствора сурьмяновиннокислого калия. Через 10 мин растворы переводят в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

5.4. Обработка результатов

Обработка результатов анализа — по разд. 4.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4087—83**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14021.5—68**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 5.2
ГОСТ 4198—75	2.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 5.2
ГОСТ 4332—76	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 5.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 5.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., мае 1989 г. (ИУС 8—84, 8—89)**

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 15.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67.
Тираж 133 экз. С2632. Зак. 891.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138