УДК 669.15'782—198 : 546.18.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13230.4—81

(СТ СЭВ 2195—80)

ФОРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения фосфора

Ferrosilicon. Method for the determination of phosphorus

Взамен ГОСТ 13230.4—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли фосфора в ферросилиции (при массовой доле фосфора от 0,01 до 0,20%).

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 синей окраски раствора пропорциональна массе фосфора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2195—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

gost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 20.

Кислота хлорная, плотностью 1,67 или 1,51 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 5.

Кислота соляная, плотностью 1,105 г/см^3: 560 см^3 концентрированной соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм^3.

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

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, 10%-ный сернокислый раствор: 100 г квасцов растворяют в 1 дм^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 20.

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

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 8%-ный раствор.

Восстановительная смесь: 150 см^3 раствора сернокислой меди смешивают с 700 см^3 раствора тиомочевины. После отстаивания в течение 24 ч смесь фильтруют и осадок отбрасывают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при нагревании до 80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см^3 этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок фильтруют под вакуумом на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Из полученной соли готовят 5%-ный водный раствор.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный: 100 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 150 см^3 горячей воды при нагревании, после чего выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку, энергично перемешивают стеклянной палочкой. Когда раствор охладится до комнатной температуры, чашку с кристаллами охлаждают в холодной проточной воде или холодильнике, изредка перемешивая содержимое чашки. После охлаждения кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронке с пористой стеклянной пластинкой и промывают ледяной водой дважды по 5 см^3. Осадок переносят в стакан и растворяют в 80 см^3 горячей воды при нагревании, после чего проводят перекристаллизацию еще раз, как указано выше. Кристаллы фосфорнокислого однозамещенного калия высушивают при (110±5)°С в фарфоровой чашке до постоянной массы.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, стандартные растворы.

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, дважды перекристаллизованного и высушенного при 110°С, поме-

щают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в 100 см^3 воды, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация фосфора в растворе равна 0,0001 г/см^3.

Раствор Б: 10 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают, готовят в день применения.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 15 см^3 азотной кислоты и осторожно, по каплям, 10—15 см^3 фтористоводородной кислоты.

Затем содержимое чашки нагревают и раствор выпаривают до 5—7 см^3. Добавляют 15 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения обильных паров хлорной кислоты, которым дают выделяться около 10—15 мин. После охлаждения соли растворяют при нагревании в 50 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан вместимостью 100 см^3, отбрасывая первые порции фильтрата.

Далее определение проводят по одному из методов, указанных в пп. 3.1.1; 3.1.2.

3.1.1. *Метод определения фосфора с применением соли двухвалентного железа в присутствии гидроксиламина*

В две конические колбы вместимостью по 100 см^3 каждая помещают по 20 см^3 анализируемого раствора (при массовой доле фосфора до 0,07%) и по 10 см^3 (при массовой доле фосфора свыше 0,07%). Непрерывно перемешивая растворы, прибавляют аммиак до образования небольшого устойчивого осадка гидроокиси железа, который растворяют, добавляя осторожно, по каплям, при перемешивании соляную кислоту плотностью 1,105 г/см^3, не допуская ее избытка.

К прозрачному раствору прибавляют по 10 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают, не доводя до кипения, до исчезновения желтой окраски раствора. Если раствор сохраняет желтоватую окраску, то добавляют 2—3 капли раствора аммиака. При появлении мути добавляют 2—3 капли соляной кислоты плотностью 1,105 г/см^3.

Бесцветные растворы быстро охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая, прибавляют по 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,105 г/см^3, а затем в одну из колб, по каплям, при непрерывном перемешивании, прибавляют 8 см^3 раствора молибденовокислого аммония.

После перемешивания в течение 1—2 мин раствор доливают водой до метки и снова перемешивают.

Раствор в колбе без добавления молибденовокислого аммония служит раствором сравнения. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волн 830 или 650 нм.

3.1.2. *Метод определения фосфора с применением тиомочевины*

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают по 20 см³ анализируемого раствора (при массовой доле фосфора до 0,07%) и по 10 см³ (при массовой доле фосфора свыше 0,07%). При непрерывном перемешивании прибавляют аммиак до образования неисчезающей мути, которую осторожно растворяют, прибавляя по каплям соляную кислоту плотностью 1,105 г/см³, и приливают по 2 см³ ее в избыток. К полученным растворам прибавляют по 10 см³ восстановительной смеси, по 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ и в одну из колб 8 см³ раствора молибденовокислого аммония, после чего разбавляют оба раствора водой до метки и перемешивают. Раствор второй мерной колбы, в который не прибавлен раствор молибденовокислого аммония, служит раствором сравнения. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волн 650 или 850 нм.

3.2. Массовую долю фосфора находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам ферросилиция, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.3. Построение градуировочного графика

В шесть конических колб из семи вместимостью по 100 см³ помещают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001, 0,00002, 0,00004, 0,00006, 0,00008, 0,00010 г фосфора.

В каждую колбу приливают по 25 см³ воды, по 4 см³ раствора железоаммонийных квасцов, нейтрализуют раствор аммиаком до выпадения гидроокиси железа и далее анализ проводят как указано в пп. 3.1.1; 3.1.2.

Седьмая колба, в которую помещены все реактивы, за исключением стандартного раствора фосфора, служит как для проведения контрольного опыта на содержание фосфора в реактивах, так и раствором сравнения.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

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

4.2. Массовую долю фосфора (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля фосфора в стандартном образце, %;
D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;
D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;
D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

4.3. 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	0,004
Св. 0,02 „ 0,03	0,005
„ 0,03 „ 0,05	0,006
„ 0,05 „ 0,10	0,01
„ 0,10 „ 0,20	0,015

Изменение № 1 ГОСТ 13230.4—81 Ферросилиций. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.02.87 № 279

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный сернокислый раствор» на «сернокислый раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3», «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3», «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3», «8 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентра-

(Продолжение см. с. 48)

цией 80 г/дм^3», «5 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72».

Пункт 3.1 после слов «платиновую чашку» дополнить словами: «или чашку из стеклоуглерода».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции (кроме таблицы): «4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru