УДК 669.15'26'782—198 : 546.18.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОХРОМ

Метод определения содержания фосфора

Ferrosilicochrome.
Method for the determination of phosphorus content

ГОСТ 13201.6—77

Взамен ГОСТ 13201.6—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 сентября 1977 г. № 2174 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ферросиликохром и устанавливает фотометрический метод определения содержания фосфора (при массовой доле фосфора от 0,01 до 0,05%).

Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоты и последующем восстановлении ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Интенсивность синей окраски раствора пропорциональна содержанию фосфора. Фосфор отделяют аммиаком с суммой гидроокисей металлов после предварительного окисления хрома до хромат-иона.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб производят по ГОСТ 22167—76 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—67 и разбавленная 1 : 100.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 2 н. раствор и разбавленная 1 : 5.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1, 1 : 5.

Кислота соляная плотностью 1,105 г/см^3, готовят следующим образом: 560 мл концентрированной соляной кислоты разбавляют водой до 1 л.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 25%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1 : 100.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25%-ный раствор.

Смесь для сплавления; готовят следующим образом: смешивают три части безводного углекислого натрия и одну часть безводного тетрабората натрия (буру).

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—68, 10%-ный сернокислый раствор; готовят следующим образом: 100 г квасцов растворяют в 1 л 2 н. раствора серной кислоты.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 20%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды при нагревании до 80°С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 мл этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом фильтруют 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 реактива.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 10091—75, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 100 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 150 мл горячей воды при нагревании, после чего выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку, энергично перемешивая стеклянной палочкой. Когда раствор охладится до комнатной температуры, чашку с кристаллами охлаждают в холодной проточной воде или холодильнике, изредка перемешивая содержимое фарфоровой чашки. После охлаждения кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронке с пористой стеклянной пластинкой и промывают дважды по 5 мл ледяной водой.

Осадок переносят в стакан и растворяют в 80 мл 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; готовят следующим образом: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, дважды перекристаллизованного и высушенного при 110°С, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в 100 мл воды, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг фосфора.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 мл стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг фосфора. Раствор готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Затем содержимое чашки нагревают и раствор выпаривают до 5—10 мл. Добавляют 30 мл хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения обильных паров хлорной кислоты, которым дают выделяться около 5 мин. Раствор охлаждают, переносят водой в коническую колбу вместимостью 250 мл и снова выпаривают до выделения обильных паров хлорной кислоты и окисления хрома. После охлаждения соли растворяют в 50 мл воды.

Если имеется нерастворимый остаток, его отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 10—12 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1 : 100. Основной фильтрат сохраняют. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 800°С, а затем сплавляют с 3—4 г смеси соды с бурой при 1000°С в течение 20—30 мин.

Плав выщелачивают в стакане вместимостью 250 мл в 50 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 5. Тигель извлекают, добавляют 15 мл хлорной кислоты и выпаривают до появления паров хлорной кислоты, затем стакан накрывают часовым стеклом и снова нагревают до полного растворения остатка. В стакан приливают 50 мл воды, растворяют соли при нагревании, а затем раствор присоединяют к основному фильтрату.

К раствору объемом 150 мл добавляют 10 мл железоаммонийных квасцов и осаждают гидроокиси металлов аммиаком. Раствор нагревают и оставляют до коагуляции осадка.

Осадок гидроокисей металлов, содержащий фосфор, отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака, разбавленного 1 : 100, до исчезновения окраски раствора от хромат-иона. Осадок смывают в колбу, где проводилось осаждение, и растворяют 30 мл горячей серной кислоты, разбавленной 1 : 5. Фильтр промывают 3—4 раза серной кислотой,

разбавленной 1 : 5, 6—8 раз водой. Раствор разбавляют водой до объема 150 мл и окисляют хром 20 мл надсернокислого аммония в присутствии 5 мл азотнокислого серебра. Производят переосаждение гидроокисей металлов аммиаком.

Промытый осадок смывают в колбу, где проводилось осаждение, и растворяют в 30 мл горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Фильтр промывают 3—4 раза той же соляной кислотой и 6—8 раз водой. Раствор выпаривают до 50—60 мл, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют в сухой стакан вместимостью 100 мл через сухой фильтр.

В две конические колбы вместимостью по 100 мл каждая помещают по 20 мл анализируемого раствора. При непрерывном перемешивании 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 мл 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 мл каждая, прибавляют по 10 мл соляной кислоты плотностью 1,105 г/см^3, а затем в одну из колб по каплям, при непрерывном перемешивании, прибавляют 8 мл 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 при λ 650 нм или фотоэлектроколориметре с красным светофильтром.

Содержание фосфора находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь конических колб вместимостью по 100 мл каждая помещают 0 5; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 и 0,00006 г фосфора.

В каждую колбу приливают по 25 мл воды, по 4 мл раствора железоаммонийных квасцов, нейтрализуют раствор аммиаком до выпадения гидроокиси железа и дальше анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Восьмая колба, в которую прибавлены все реактивы, за исключением раствора, служит для проведения контрольного опыта на содержание фосфора в реактивах и служит раствором сравнения.

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 пробы, соответствующей аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами 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

Изменение № 1 ГОСТ 13201.6—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.12.87 № 4401

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

По всему тексту стандарта заменить единицы и слова: мл на $см^3$, л на $дм^3$, «содержание» на «массовая доля».

Пункт 1.2. Заменить ссылки: ГОСТ 22167—76 на ГОСТ 24991—81, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова и ссылки: «2 н раствор» на «раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/$дм^3$» (2 раза); «25%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/$дм^3$»; «0,25%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2,5 г/$дм^3$»; «10%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/$дм^3$»; «20%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/$дм^3$»; ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 4205—68 на ГОСТ 4205—77, ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79, ГОСТ 3765—72 на ГОСТ 3765—78, ГОСТ 10091—75 на ГОСТ 4198—75.

(Продолжение см. с. 58)

Пункт 3.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы».

Пункт 3.2. Последний абзац после слов «за исключением» дополнить словом: «стандартного»;

дополнить абзацем: «По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график».

Пункт 4 2 изложить в новой редакции: «4 2 Абсолютные расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,010 до 0,020 включ.	0,004
Св. 0,020 » 0,050 »	0,006

(ИУС № 2 1988 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13201.1—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания хрома 3

ГОСТ 13201.2—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания кремния 7

ГОСТ 13201.4—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания углерода 10

ГОСТ 13201.5—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания серы 13

ГОСТ 13201.6—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания фосфора 18

Редактор *В. В. Чекменева*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. Г. Старостин*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 15.09.77 Подп. к печ. 21.11.77 1,5 п. л. 1,20 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1304