МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения фосфора

Издание официальное

БЗ 7—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 008 «Ферросплавы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 апреля 1994 г. (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 июня 2001 г. № 247-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13230.4—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13230.4—81

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения фосфора

Ferrosilicon. Method for determination of phosphorus

Дата введения 2002—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в ферросилиции при массовой доле его от 0,01 % до 0,25 %.

Метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевиной в присутствии сернокислой 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

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5962—67* Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24991—81 Феррохром, ферросиликохром, ферросилиций, ферросиликомарганец, ферромарганец. Методы отбора и подготовки проб для химического и физико-химического анализов

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

3.2 Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 24991.

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или по ГОСТ 11125.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или по ГОСТ 14261 и раствор плотностью 1,105 г/см^3: 560 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или по ГОСТ 24147 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.

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

или

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

Массовая концентрация железа в растворе приблизительно равна 0,02 г/см^3.

Восстановительная смесь: 150 см^3 раствора сернокислой меди смешивают с 700 см^3 раствора тиомочевины. Смесь выдерживают в течение 24 ч и отфильтровывают.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм^3, свежеприготовленный.

Молибденовокислый аммоний перекристаллизовывают следующим образом: 250 г реактива 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 под вакуумом отфильтровывают на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20 — 30 см^3 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 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Раствор Б: 10,0 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

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

5 Проведение анализа

5.1 Навеску пробы массой 1 г (при массовой доле фосфора до 0,03 %) или 0,5 г (при массовой доле фосфора свыше 0,03 %) помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 10 см^3 азотной кислоты и осторожно добавляют 10 — 20 см^3 фтористоводородной кислоты. После прекращения бурной реакции приливают 20 см^3 хлорной кислоты. Нагревают и выпаривают содержимое чашки досуха. При массовой доле кремния свыше 40 % повторяют обработку навески 10 см^3 фтористоводородной кислоты и 10 см^3 хлорной кислоты. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, 40 — 50 см^3 воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят

в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют через плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

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

5.2 Восстановление фосфорномолибденовой 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.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массовую долю фосфора методом градуировочного графика 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 ряд мерных колб вместимостью 100 см³ вводят от 0,2 до 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует от 0,00002 до 0,00008 г фосфора. В одну колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую колбу прибавляют 50 см³ буферного раствора, 10 см³ восстановительной смеси и далее анализ проводят, как в 5.2.1.

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

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

5.3 Восстановление фосфорномолибденовой 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 1,0 см³ раствора железоаммонийных квасцов или хлорного железа и раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который растворяют, добавляя по каплям 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.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массовую долю фосфора методом градуировочного графика 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 ряд мерных колб вместимостью 100 см³ вводят от 2,0 до 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует от 0,00002 до 0,00008 г фосфора. В одну колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую колбу прибавляют по 3 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 проводят в соответствии с 5.3.1.

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

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

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю фосфора X, %, определяемую 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

В процентах

Массовая доля фосфора	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемое расхождение			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях, $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
Св. 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,008	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,006
» 0,10 » 0,25 »	0,012	0,015	0,012	0,015	0,008

УДК 669.15′782—198:546.28.06:006.354 МКС 77.100 В19 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: ферросилиций, анализ, фосфор, результат

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.11.2001. Подписано в печать 23.11.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 319 экз. С 2949. Зак. 1086.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru