

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****ФЕРРОТИТАН****Метод определения фосфора****ГОСТ****14250.4—90**

Ferrotitanium,

Method for determination of phosphorus

(СТ СЭВ 1236—89)

СКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

При настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в ферротитане при массовой доле его от 0,02 до 0,2 %.

Метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевиной или ионами двухвалентного железа в присутствии хлорида гидроксиламина до соединения, окрашенного в синий цвет.

Мешающие определению элементы отделяют при щелочном сплавлении пробы.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.
- 1.2. Лабораторная пробы должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор плотностью 1,105 г/см<sup>3</sup>: 560 см<sup>3</sup> соляной кислоты разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР

Гидроксиамина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/см<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Натрия пероксид.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Смесь для сплавления: натрия пероксид и калий-натрий углекислый смешивают в соотношении 3 : 1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>. Хранят в полиэтиленовой посуде. В случае необходимости реактив перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до температуры 80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см<sup>3</sup> 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 30 см<sup>3</sup> и высушивают на воздухе.

Железо (III) азотникислое 9-водное по ГОСТ 4111, раствор 180 г/дм<sup>3</sup>: 90 г азотникислого железа растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании, приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит приблизительно 0,025 г железа.

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

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>.

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

Калий фосфорникислый однозамещенный по ГОСТ 4198 или по ТУ 6—09—4138.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорникислого калия растворяют 100 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Массовая концентрация фосфора в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродистый тигель, добавляют 4—5 г смеси для сплавления, перемешивают и сверху засыпают 1—2 г этой же сме-

си. Тигель нагревают при температуре 300—400°C до отставания содергимого тигля от стенок. Затем помещают в муфельную печь, нагретую до температуры  $(600 \pm 25)$  °C, выдерживают до расплавления массы и еще — 5 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и выщелачивают плав без нагревания. Извлекают тигель из стакана, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. В стакан прибавляют 1 см<sup>3</sup> спирта и кипятят раствор с осадком до разрушения пероксида натрия. После охлаждения переносят раствор с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют в сухую колбу через фильтр средней плотности. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Полученный раствор используют для определения фосфора по одному из вариантов, указанных в п. 3.2 или 3.3.

### 3.2. Восстановление фосфорномолибденовой гетерополикислоты ионами двухвалентного железа в присутствии гидрохлорида гидроксилаamina

3.2.1. В две конические колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают аликовтные части, равные 25,0 или 50,0 см<sup>3</sup>, в зависимости от содержания фосфора, приливают по 3,0 см<sup>3</sup> раствора азотокислого железа и полностью растворяют выпавшие гидроксиды металлов, добавляя по каплям раствор соляной кислоты, прибавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора гидрохлорида гидроксилаамина, выдерживают при слабом нагревании до обесцвечивания растворов, затем нагревают до кипения.

Если растворы сохраняют желтую окраску, то добавляют 1—2 капли раствора амиака. При появлении муты ее растворяют добавлением 1—2 капель раствора соляной кислоты.

Колбы с раствором охлаждают и приливают по 10,0 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 8,0 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 720 нм или на фотоэлектролориметре в области светопропускания от 680 до 900 нм.

В качестве раствора сравнения применяют аликовтную часть раствора, к которой добавлены все реагенты, за исключением молибденовокислого аммония.

Массу фосфора находят по градуированному графику после вычитания значения оптической плотности раствора пробы.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают стандартный раствор Б фосфора согласно табл. 1. В одну колбу стандартный раствор не помещают.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Объем аликовтной части раствора пробы, см <sup>3</sup>	Масса извески пробы в фотометрируемом растворе, г	Объем стандартного раствора Б, см <sup>3</sup>
От 0,02 до 0,05 включ.	50	0,1	1—6
Св. 0,05 » 0,2 »	25	0,06	2—11

Во все колбы приливают по 3,0 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, 20 см<sup>3</sup> воды и раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

### 3.3. Восстановление фосфорномолибденовой гетерополикислоты с применением тиомочевины

3.3.1. В две конические колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают аликовтные части раствора, равные 25,0 или 50,0 см<sup>3</sup>, в зависимости от содержания фосфора, доливают водой до объема 50 см<sup>3</sup>, приливают 3,0 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, растворяют выпавший осадок, добавляя по каплям раствор соляной кислоты. После просветления раствора приливают 10,0 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Обмывают стеки колб водой, приливают по 10 см<sup>3</sup> восстановительной смеси, выдерживают до обесцвечивания раствора. Затем по каплям при непрерывном перемешивании в одну из колб приливают 8,0 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волн 830 нм или фотоэлектролориметре в области светопропускания от 680 до 880 нм.

В качестве раствора сравнения применяют аликовтную часть раствора, в которую добавлены все реагенты, за исключением молибденовокислого аммония.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают стандартный раствор Б фосфора, согласно табл. 1. В одну колбу стандартный раствор не помещают.

Во все колбы приливают воду до объема 50 см<sup>3</sup>, по 3,0 см<sup>3</sup> раствора нитрата железа, приливают раствор аммиака до начала выпадения осадка, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты, и еще по 10,0 см<sup>3</sup> избыток. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,02 до 0,05 вкл.	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
Св. 0,5 > 0,10 >	0,007	0,009	0,007	0,009	0,004
> 0,1 > 0,2 >	0,010	0,012	0,010	0,013	0,006

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством metallurgии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ**  
В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 29.12.90 № 3750**
- 3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1236—89**
- 4. ВЗАМЕН ГОСТ 14250.4—80**
- 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2
ГОСТ 4111—74	Разд. 2
ГОСТ 4165—78	Разд. 2
ГОСТ 4198—75	Разд. 2
ГОСТ 4332—76	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5962—67	Разд. 2
ГОСТ 6344—73	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 26291—84	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1