

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОВАНАДИИ

ГОСТ

Методы определения фосфора

13217.5—90

Ferrovanadium.

Methods for determination of phosphorus

(СТ СЭВ
1215—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения фосфора в феррованадии при массовой доле его от 0,04 до 0,24% на основе желтого фосфорнованадиевомолибденового комплекса и от 0,01 до 0,24% на основе синего фосфорномлибденового комплекса.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27349.
1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД НА ОСНОВЕ ЖЕЛТОГО
ФОСФОРНОВАНАДИЕВОМОЛИБДЕНОВОГО КОМПЛЕКСА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в азотнокислой среде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения, окрашенного в желтый цвет, и измерении оптической плотности раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и растворы 1:1 и 1:50.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 100 г/дм³. Раствор хранят в посуде из полиэтилена. В случае необходимости



ти реактив перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до температуры 80 °С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ 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 см³ и высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18360.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор 3 г/дм³: 1,5 г аммония ванадиевокислого растворяют в 250 см³ воды при температуре 50—60 °С и охлаждают. Добавляют 40 см³ раствора азотной кислоты 1:1 и раствор разбавляют водой до объема 500 см³.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111: 180 г азотнокислого железа растворяют в 500 см³ воды с добавлением 5 см³ азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит примерно 0,025 г железа.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,4394 г фосфорнокислого однозамещенного калия, предварительно высушенного при температуре 105 °С и охлажденного в эксикаторе, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ примерно в 200 см³ воды. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Массовая концентрация фосфора в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 20,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,0002 г/см³; раствор готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, осторожно приливают 10 см³ азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании. Затем раствор выпаривают до получения влажных солей, приливают 10 см³ азотной кислоты и повторяют выпаривание раствора до влажных солей. Приливают 20 см³ азотной кислоты, 30 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы, и промывают 5—6 раз горячим раствором азотной кислоты 1:50.

Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 700—800 °С до полного выгорания углерода. К осадку прибавляют 2—3 капли азотной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток прокаливают в течение 5—10 мин при температуре 700—800 °С. После охлаждения прибавляют 1 г углекислого калия-натрия и сплавляют в течение 10 мин при температуре 800—850 °С.

Плав выщелачивают в 50—60 см³ горячей воды, тигель обмывают водой и удаляют. Раствор кипятят 5 мин, после чего фильтруют. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и фильтрат присоединяют к основному раствору. Объединенный раствор выпаривают до объема 60—80 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью по 50 см³ помещают по 20,0 см³ раствора пробы. Затем в одну из колб помещают 2,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и 2,0 см³ раствора ванадиевокислого аммония, а в другую — 2,0 см³ раствора ванадиевокислого аммония. Раствор в колбах доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор второй мерной колбы, не содержащий раствор молибденовокислого аммония, применяют в качестве раствора сравнения.

Через 15—20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 430 до 460 нм.

2.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 2.3.1 с добавлением 5 см³ раствора азотнокислого железа.

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

2.3.3. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ вводят 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016; 0,00020 и 0,00024 г фосфора.

Во все колбы прибавляют по 1,0 см³ раствора азотнокислого железа, по 8 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1 и перемешивают. Затем добавляют по 2,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и 2,0 см³ раствора ванадиевокислого аммония, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 15—20 мин измеряют оптическую плотность стандартных растворов на спектрофотометре при длине волны 453 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 430 до 460 нм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

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

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %				результата анализа стандартного образца от аттестованного значения
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений		
От 0,01 до 0,02 включ	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002	
Св. 0,02 > 0,05 >	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004	
> 0,05 > 0,10 >	0,007	0,009	0,007	0,009	0,005	
> 0,10 > 0,24 >	0,010	0,012	0,010	0,013	0,006	

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД НА ОСНОВЕ СИНЕГО ФОСФОРНОМОЛИБДЕНОВОГО КОМПЛЕКСА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты и последующем восстановлении ее в хлорносернокислой среде аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновиннокислого калля до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет, и измерении оптической плотности раствора.

От сопутствующих элементов фосфор отделяют соосаждением на гидроксиде бериллия при pH 8—10.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 1.