



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОНИОБИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 15933.3-90—ГОСТ 15933.8-90

Издание официальное

35 коп. БЗ 2—90/80

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ**

Москва

ФЕРРОНИОБИИ

Метод определения фосфора

Ferromobium Method for determination
of phosphorus

ГОСТ

15933.3—90

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в феррониобии при массовой доле его от 0,03 до 0,6%

Метод основан на реакции образования желтой фосфоромолибденовой гетерополиоксидной кислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевинной в присутствии сернистой меди до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Фосфор отделяют от мешающих элементов сплавлением с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава раствором хлористого натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.
- 1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Натрия пероксид.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Квасцы железоаммонийные, раствор: 87 г квасцов растворяют при нагревании в 400 см³ воды, содержащей 15 см³ соляной кислоты, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1990

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и плотностью 1,105 г/см³: 500 см³ соляной кислоты разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и перемешивают.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³.

Медь (II) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Восстановительная смесь: 150 см³ раствора сернистой меди смешивают с 700 см³ раствора тиомочевины. После отстаивания в течение 24 ч смесь фильтруют и осадок отбрасывают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³. При необходимости молибденовокислый аммоний перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают, приливают 300 см³ спирта, перемешивают и через 1 ч осадок фильтруют под вакуумом на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера. Осадок промывают 2—3 раза спиртом (порциями по 30 см³) и высушивают на воздухе.

Спирг этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

При необходимости фосфорнокислый калий перекристаллизовывают: 100 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 150 см³ горячей воды при нагревании, после чего выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку, энергично перемешивая стеклянной палочкой. После охлаждения раствора до комнатной температуры чашку с кристаллами охлаждают в проточной холодной воде или холодильнике, перемешивая содержимое. По охлаждении кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронку с пористой стеклянной пластинкой и промывают ледяной водой дважды по 5 см³. Осадок переносят в стакан и растворяют в 80 см³ горячей воды при нагревании, после чего повторяют перекристаллизацию, как указано выше. Кристаллы фосфорнокислого калия высушивают при температуре (110±5)°C в фарфоровой чашке до постоянной массы.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А. 0,4394 г фосфорнокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 100 см³ воды, до-

ливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в железный или никелевый тигель и сплавляют с 4—6 г перекиси натрия, содержащей 1—2 г натрия углекислого при температуре 650—700 °С.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,03 до 0,10 включ.	0,5
Св. 0,1 » 0,2 »	0,25
» 0,2 » 0,6 »	0,1

После охлаждения плав выщелачивают во фторпластовом стакане в 100 см³ насыщенного раствора хлористого натрия. Тигель извлекают из стакана и обмывают его водой. Раствор кипятят до разрушения пероксида натрия, затем охлаждают, количественно переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Дают осадку отстояться и затем раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.2. В две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают по 25,0 см³ фильтрата, приливают по 2,0 см³ раствора железоаммонийных квасцов, по 5,0 см³ раствора фтористого аммония и по 2,0 см³ раствора борной кислоты. Выпавший осадок гидроксида железа растворяют в соляной кислоте плотностью 1,105 г/см³. Затем раствор нейтрализуют аммиаком до начала выпадения осадка гидроксида железа. Выпавший осадок гидроксида железа растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ и еще 2 см³ в избыток. Затем приливают 10 см³ восстановительной смеси. Раствору дают постоять 5 мин, приливают 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ и в одну из колб по каплям и при перемешивании приливают 8,0 см³ раствора молибденовокислого аммония. Затем растворы перено-