

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения фосфора

Издание официальное



БЗ 7—2001

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

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 гетерополиоксидной кислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевинной в присутствии сернистой меди или ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксилламина 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) сернистая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5456—79 Гидроксилламина 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.

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/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или по ГОСТ 14261 и раствор плотностью 1,105 г/см³: 560 см³ соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или по ГОСТ 24147 и раствор 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 25 г/дм³.

Буферный раствор: к 1 дм³ раствора хлористого аммония прибавляют 100 см³ соляной кислоты и перемешивают.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 80 г/дм³.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 10 г/дм³.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 100 г/дм³

или

квасцы железоаммонийные, раствор: 173 г реактива растворяют при слабом нагревании в 500 см³ воды, содержащей 10 — 30 см³ соляной кислоты, фильтруют и разбавляют водой до 1 дм³.

Массовая концентрация железа в растворе приблизительно равна 0,02 г/см³.

Восстановительная смесь: 150 см³ раствора сернокислой меди смешивают с 700 см³ раствора тиомочевины. Смесь выдерживают в течение 24 ч и отфильтровывают.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 50 г/дм³, свежеприготовленный.

Молибденовокислый аммоний перекристаллизовывают следующим образом: 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 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 20 — 30 см³ 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 дм³, доливают до метки водой и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

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

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 см³ азотной кислоты и осторожно добавляют 10 — 20 см³ фтористоводородной кислоты. После прекращения бурной реакции приливают 20 см³ хлорной кислоты. Нагревают и выпаривают содержимое чашки досуха. При массовой доле кремния свыше 40 % повторяют обработку навески 10 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ хлорной кислоты. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем прибавляют 10 см³ соляной кислоты, 40 — 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят