

НИИСТ и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Методы определения фосфора

Ferrosilicozirconium. Methods for
determination of phosphorusГОСТ
17001.5—86Взамен
ГОСТ 17001.5—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября
1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения фосфора в ферросиликоцирконии: фотометрический — при массовой доле от 0,02 до 0,30% и экстракционно-фотометрический — при массовой доле от 0,02 до 0,10%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина или тиомочевны до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

Мешающее влияние циркония устраняют осаждением циркония гидроокисью натрия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:20.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, и плотностью 1,105 г/см³: 560 см³ соляной кислоты разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Квасцы железозаммонийные по ГОСТ 4205—77, сернокислый раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³: 100 г квасцов растворяют в 1 дм³ раствора серной кислоты (1:20).

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,0116 г/см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

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

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 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 и высушивают на воздухе.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75. 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 холодной воде или холодильнике, перемешивая содержимое чашки. По охлаждении кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронке 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 однозамещенного калия высушивают при $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ в фарфоровой чашке до постоянной массы.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 100 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают.

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

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

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см³; готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г (при массовой доле фосфора от 0,02 до 0,15%) или массой 0,25 г (при массовой доле фосфора свыше 0,15 до 0,30%) помещают в платиновую чашку или чашку из стеклогуглерода, прибавляют 15 см³ азотной кислоты и осторожно по каплям 5 см³ фтористоводородной кислоты.

После полного растворения навески приливают 15 см³ серной кислоты (1:1), выпаривают до обильных паров серной кислоты. Содержимое чашки охлаждают, стенки чашки обмывают водой и снова выпаривают до обильных паров серной кислоты.

После охлаждения соли растворяют в 30 см³ воды, с добавлением 5 см³ соляной кислоты (1:1).

Содержимое чашки переносят в колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до начала выделения гидроксида циркония, переносят в колбу вместимостью 250 см³, в которой находится 50 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Раствор нагревают до кипения, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют в сухую колбу вместимостью 250 см³ через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2. При применении в качестве восстановителя тиомочевина в две конические колбы вместимостью по 100 см³ каждая помещают по 25 см³ фильтрата, приливают по 3 см³ раствора железомочевинных квасцов, выпавший осадок гидроксида железа растворяют в соляной кислоте плотностью 1,105 г/см³ и дают еще по 2 см³ этой же кислоты в избыток. Затем приливают по 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 см³ молибде-

новокислого аммония. Затем растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 680—880 нм.

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

2.3.3. При применении в качестве восстановителя соли двухвалентного железа в присутствии гидросиламина в две конические колбы вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ фильтра, приливают по 5 см³ железоаммонийных квасцов. Выпавший осадок гидроксида железа растворяют соляной кислотой плотностью 1,105 г/см³ и еще приливают по 5 см³ этой же кислоты в избыток и нагревают до исчезновения мути.

При непрерывном перемешивании и по каплям приливают раствор аммиака до образования небольшого устойчивого осадка гидроксида железа, который растворяют соляной кислотой плотностью 1,105 г/см³, не допуская ее избытка. К растворам приливают по 10 см³ раствора солянокислого гидросиламина, нагревают, не доводя до кипения, до исчезновения желтой окраски раствора.

Бесцветные растворы быстро охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см³ и прибавляют по 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³.

Затем в одну из колб по каплям и при перемешивании прибавляют 8 см³ раствора молибденовокислого аммония. После перемешивания в течение 1—2 мин растворы доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 680 до 900 нм.

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

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартными образцами ферросиликоциркония, близкими по составу к анализируемому ферросиликоцирконии и проведенными через все стадии анализа.

2.3.4. Построение градуировочного графика.

В семь конических колб из восьми вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004;