

**ФЕРРОВНАДИИ****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 фосфорномолибденового 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/дм<sup>3</sup>. Раствор хранить в посуде из полиэтилена. В случае необходимости



ти реактив перекристаллизовывают: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до температуры 80 °С. 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.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18360.

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

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111: 180 г азотнокислого железа растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды с добавлением 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup> примерно в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

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

Раствор Б: 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00002 г/см<sup>3</sup>; раствор готовят в день применения.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании. Затем раствор выпаривают до получения влажных солей, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и повторяют выпаривание раствора до влажных солей. Приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 30 см<sup>3</sup> 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 прокалывают при температуре 700—800 °С до полного выгорания углерода. К осадку прибавляют 2—3 капли азотной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Остаток прокалывают 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают по 20,0 см<sup>3</sup> раствора пробы. Затем в одну из колб помещают 2,0 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и 2,0 см<sup>3</sup> раствора ванадиевокислого аммония, а в другую — 2,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вводят 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого железа, по 8 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 1 и перемешивают. Затем добавляют по 2,0 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и 2,0 см<sup>3</sup> 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, %			
		двух средних результатов анализа, выпол- ненных в различных условиях	двух параллель- ных оп- ределений	трех параллель- ных оп- ределений	результатов анализа стандартно- го образца от аттесто- ванного значения
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 гетерополиокислоты и последующем восстановлении ее в хлорносернической среде аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновинно-кислого калия 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.

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275 или кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 0,2 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Бериллия сульфат 4-водный, раствор: 19,7 г сульфата бериллия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и приливают 9 см<sup>3</sup> серной кислоты. После охлаждения раствор разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Кислота аскорбиновая свежеприготовленный раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Феноловый красный, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,1 г фенолового красного растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды с добавлением 6,0 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и разбавляют водой до объема 100 см<sup>3</sup>.

Калий винноокислый кислый по ГОСТ 3654.

Сурьмы (III) окись.

Калий сурьмяновинноокислый, раствор 3 г/дм<sup>3</sup>.

При отсутствии реактива его готовят: 28,2 г винноокислого красного калия растворяют при кипячении в 600 см<sup>3</sup> воды и добавляют небольшими порциями 14,6 г окиси сурьмы.

При необходимости раствор фильтруют, охлаждают до температуры 0—5 °С и выдерживают при этой температуре в течение 2—3 ч. Полученные кристаллы отфильтровывают на плотный стеклянный фильтр и высушивают при температуре 100 °С.

Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765. При необходимости реактив перекристаллизовывают, как указано в п. 2.2.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Реактивная смесь: 1,74 г молибденовоокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты. Раствор охлаждают, разбавляют до объема 250 см<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Промывная жидкость: к 500 см<sup>3</sup> воды прибавляют 30 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 15 см<sup>3</sup> аммиака и разбавляют водой до объема 600 см<sup>3</sup>.

Железо металлическое.

Стандартные растворы фосфора по п. 2.2.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы, отобранную согласно табл. 2, помещают

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г
От 0,01 до 0,03 включ.	1,0
Св. 0,03 » 0,12 »	0,5
» 0,12 » 0,24 »	0,25

в платиновую или стеклоглеродистую чашку, приливают 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 15 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, 1 г бромистого аммония или 3—5 см<sup>3</sup> бромистоводородной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Раствор выпаривают до выделения паров хлорной кислоты или досуха и охлаждают. Приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 40 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор переносят в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. После охлаждения прибавляют 60 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 10 см<sup>3</sup> раствора сульфата бериллия, нейтрализуют аммиаком до темно-красной окраски раствора и дополнительно добавляют еще 5 см<sup>3</sup> аммиака. При проведении контрольного опыта изменение рН среды следует контролировать по индикатору феноловому красному. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 2—3 мин.

Раствор охлаждают в проточной воде до температуры 15—18°С. Отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают колбу и осадок 5—6 раз промывной жидкостью. Растворяют осадок в колбе, в которой проводилось осаждение. Для этого добавляют 20 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты, приливая его порциями по 10 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают.

Фильтрат охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

В стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора, равную 10,0 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, нагревают до выделения паров хлорной кислоты и охлаждают. Приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5,0 см<sup>3</sup> реактивной смеси, 5,0 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 1,0 см<sup>3</sup> раствора сурьмяновиннокислого калия.

Через 15 мин раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 830 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 680 до 750 нм или от 830 до 920 нм.

Раствором сравнения служит вода.

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

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть платиновых или стеклоглеродистых чашек из семи отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г фосфора. Во все чашки прибавляют по 0,25 г железа, по 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, по 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 15 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и 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.

#### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

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

$m$  — масса навески пробы, г.

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

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Л. М. Клейнер, Г. И. Гусева

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1095

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 13217.5—79

## 4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1215—89

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2062—77	3.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 3654—79	3.2
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2
ГОСТ 4111—74	2.2
ГОСТ 4198—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4332—76	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 5962—67	2.2
ГОСТ 9336—75	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 19275—73	3.2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27349—87	1.1