

ГОСТ 16591.5—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

**ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ**  
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА**

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

## Предисловие

**1 РАЗРАБОТАН** Российской Федерацией, Техническим комитетом ТК 8 «Ферросплавы»

**ВНЕСЕН** Госстандартом России

**2 ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1994 г. (протокол № 6—94)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства   | Наименование национального органа стандартизации |
|----------------------------|--|
| Азербайджанская республика | Азгосстандарт                                    |
| Республика Армения         | Аргосстандарт                                    |
| Республика Беларусь        | Белстандарт                                      |
| Республика Грузия          | Грузстандарт                                     |
| Республика Казахстан       | Госстандарт Республики Казахстан                 |
| Кыргызская Республика      | Кыргызстандарт                                   |
| Республика Молдова         | Молдовастандарт                                  |
| Российская Федерация       | Госстандарт России                               |
| Республика Узбекистан      | Узгосстандарт                                    |
| Украина                    | Госстандарт Украины                              |

**3** Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21.06.95 № 313 Межгосударственный стандарт ГОСТ 16591.5—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

**4 ВЗАМЕН** ГОСТ 16591.5—71

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

## СОДЕРЖАНИЕ

|   |   |
|---|---|
| 1 Назначение и область применения . . . . . | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .              | 1 |
| 3 Общие требования . . . . .                | 2 |
| 4 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . | 2 |
| 5 Проведение анализа . . . . .              | 3 |
| 6 Обработка результатов . . . . .           | 6 |

## ФЕРРОСИЛИКОМАРГАНЕЦ

## Метод определения фосфора

Ferrosilicomanganese. Method for determination of phosphorus

Дата введения 1996—01—01

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения фосфора в ферросиликомарганце при массовой доле фосфора от 0,025 до 0,7 %. Метод основан на реакции образования желтой фосфорно-молибденовой гетерополиокислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде тиомочевинной в присутствии солянокислой меди или ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина 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) серноокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

### 3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

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

### 4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1 : 1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор плотностью 1,105 г/см<sup>3</sup>: 560 см<sup>3</sup> соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 25 г/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор: к 1 дм<sup>3</sup> раствора хлористого аммония прибавляют 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>.

Медь (II) серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Квасцы железоаммонийные, раствор: 173 г реактива растворяют при нагревании в 500 см<sup>3</sup> воды, содержащей 10—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, фильтруют и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Восстановительная смесь: 150 см<sup>3</sup> раствора серноокислой меди

смешивают с 700 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины. Смесь выдерживают в течение 24 ч и отфильтровывают.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Молибденовоокислый аммоний перекристаллизовывают: 250 г реактива растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 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 20—30 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Раствор Б: 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация фосфора в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б готовят перед применением.

## 5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Навеску пробы массой 0,5 г при массовой доле фосфора до 0,3 % и 0,2 г при массовой доле фосфора свыше 0,3 % помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, нагревают и выпаривают содержимое чашки досуха. После охлаждения прибавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 40—50 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают и при необходимости фильтруют через плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Полученный раствор используют для определения фосфора по одному из вариантов, указанных в пп. 5.2 или 5.3.

5.2 Восстановление фосфорно-молибденовой гетерополиокислоты тиомочевинной в присутствии сернокислой меди

5.2.1 В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора 5,0—25,0 см<sup>3</sup>, содержащую 20—80 мкг фосфора, приливают 50 см<sup>3</sup> буферного раствора, 10 см<sup>3</sup> восстановительной смеси и выдерживают до обесцвечивания раствора. Затем по каплям при непрерывном перемешивании прибавляют 8,0 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин. После этого разбавляют раствор водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 680 до 880 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта, и проведенным через все стадии анализа.

#### 5.2.2 Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 и 0,00008 г фосфора. В седьмую колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую из 7 колб прибавляют 50 см<sup>3</sup> буферного раствора, 10 см<sup>3</sup> восстановительной смеси и далее анализ проводят, как указано в 5.2.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор фосфора.

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

5.3 Восстановление фосфорно-молибденовой гетерополиокислоты ионами двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина

5.3.1 В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора 5,0—25,0 см<sup>3</sup>, содержащую 20—80 мкг фосфора, прибавляют 3,0 см<sup>3</sup> раствора железоммонийных квасцов или хлорного железа и раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который растворяют, добавляя по кап-

лям раствор соляной кислоты плотностью  $1,105 \text{ г/см}^3$ , избегая избытка, прибавляют воду до объема  $60 \text{ см}^3$ , затем прибавляют  $10 \text{ см}^3$  раствора солянокислого гидроксилamina, выдерживают при слабом нагревании до обесцвечивания раствора, затем нагревают до кипения.

Если раствор сохраняет желтую окраску, добавляют 1—2 капли раствора аммиака. Бесцветный раствор охлаждают, прибавляют  $10 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты плотностью  $1,105 \text{ г/см}^3$ . Затем по каплям при непрерывном перемешивании прибавляют  $8,0 \text{ см}^3$  раствора молибденовокислого аммония и перемешивают в течение 1—2 мин.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доливая до метки водой и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны  $720 \text{ нм}$  или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от  $680$  до  $900 \text{ нм}$ .

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу фосфора находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартным образцом с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта и проведенным через все стадии анализа.

### 5.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью  $100 \text{ см}^3$  отбирают  $2,0$ ;  $4,0$ ;  $5,0$ ;  $6,0$ ;  $7,0$  и  $8,0 \text{ см}^3$  стандартного раствора Б, что соответствует  $0,00002$ ;  $0,00004$ ;  $0,00005$ ;  $0,00006$ ;  $0,00007$  и  $0,00008 \text{ г}$  фосфора. В седьмую колбу стандартный раствор фосфора не вводят.

В каждую из 7 колб прибавляют по  $3,0 \text{ см}^3$  раствора железомонийных квасцов или хлорного железа,  $20 \text{ см}^3$  воды и по каплям раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который затем растворяют, добавляя по каплям раствор соляной кислоты плотностью  $1,105 \text{ г/см}^3$ , избегая избытка. Содержимое колб разбавляют водой до  $60 \text{ см}^3$  и далее анализ продолжают, как указано в 5.3.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор фосфора.

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

## 6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю фосфора  $X$ , %, определяют методом градуировочного графика, 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.

6.2 Массовую долю фосфора  $X_1$ , %, определяемую методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\hat{A}(D - D_1)}{(D_2 - D_1)}, \quad (2)$$

где  $\hat{A}$  — аттестованное значение массовой доли фосфора в стандартном образце, %;

$D$  — значение оптической плотности раствора пробы;

$D_1$  — значение оптической плотности раствора контрольного опыта;

$D_2$  — значение оптической плотности раствора стандартного образца.

6.3 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли фосфора приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормы точности

| Массовая доля фосфора, % | Погрешность результатов анализа, Δ, % | Допускаемые расхождения, %   |                                     |                                     |   |  |
|--------------------------|---------------------------------------|--|-------------------------------------|-------------------------------------|---|--|
|                          |                                       | двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_k$ | двух параллельных определений $d_2$ | трех параллельных определений $d_3$ | результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $d$ |  |
| От 0,025 до 0,05 включ.  | 0,006                                 | 0,007  | 0,006                               | 0,008                               | 0,004   |  |
| Св. 0,05 » 0,10 »        | 0,008                                 | 0,011  | 0,009                               | 0,010                               | 0,005   |  |
| » 0,1 » 0,2 »            | 0,01                                  | 0,02   | 0,01                                | 0,02                                | 0,01  |  |
| » 0,2 » 0,5 »            | 0,02                                  | 0,02   | 0,02                                | 0,02                                | 0,01  |  |
| » 0,5 » 0,7 »            | 0,03                                  | 0,03   | 0,03                                | 0,03                                | 0,02  |  |

УДК 669.15,782.9,74—198:546.711:006.354

ОКС 77.100 В 19  
ОКСТУ 0809

Ключевые слова: ферросиликомарганец, определение, анализ, фосфор

---

Редактор *Л. И. Нахимова*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *Н. И. Гавришук*

Сдано в набор 31.07.95. Подп. в печать 10.10.95. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70.  
Уч.-изд. л. 0,57. Тир. 200 экз. С. 2888.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
ЛР № 021007 от 10.08.95  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1808  
ПЛР № 040138