



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**МОЛИБДЕН**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА**

**ГОСТ 14338.3—91**

**Издание официальное**

**БЗ 11—12—91/1190**

**КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР**  
**Москва**

**МОЛИБДЕН**

Методы определения фосфора

Molybdenum. Methods for  
determination of phosphorus**ГОСТ****14338.3—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,0002 до 0,015 %) в металлическом молибдене, оксиде молибдена и молибденовокислом аммонии.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 29103.

**2. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ КСИЛЕНОВОГО ОРАНЖЕВОГО  
(ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,0002 ДО 0,01 %)****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения фосфорно-молибденовой гетерополиоксидной кислоты с ксиленовым оранжевым. Кремний и мышьяк комплексного соединения с ксиленовым оранжевым в этих условиях не образуют.

**2.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы**

Весы аналитические любого типа, позволяющие взвешивать с погрешностью не более 0,0002 г.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Муфельная печь, обеспечивающая нагрев до 500 °С

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Аммоний (натрий) молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор с массовой долей 10 %.

70 г соли растворяют в 400 см<sup>3</sup> горячей воды и отфильтровывают через плотный фильтр. К раствору добавляют 250 см<sup>3</sup> эти-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространяется без разрешения Госстандарта СССР

лового спирта (ректификата), оставляют на 1 ч отстаиваться, затем кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают несколько раз водой со спиртом и высушивают на воздухе.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772.

Стандартный раствор А: 0,426 г фосфорнокислого двузамещенного аммония переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0002 г фосфора.

Стандартный раствор Б: готовят разбавлением 1 см<sup>3</sup> раствора А водой в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,000002 г фосфора.

Калия гидроксид, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Ксиленоловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят не менее чем за 10 ч до использования, реактив проверяют на пригодность к реакции образования комплекса с фосфорномолибденовой гетерокислотой: в 10 см<sup>3</sup> ацетона добавляют 0,1 см<sup>3</sup> (3—4 капли) раствора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,1 %. Если раствор остается бесцветным или имеется слабо-розовое окрашивание — реактив пригоден для анализа, если же окраска фиолетовая — реактив комплекса с фосфорномолибденовой гетерополикислотой не образует.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 0,1 %.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300.

### 2.3. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли фосфора берут навески в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,0002 до 0,0008 включ.	1,0
Св. 0,0008 > 0,0015 >	0,5
> 0,0015 > 0,004 >	0,2
> 0,004 > 0,01 >	0,1

2.3.1. Навеску оксида молибдена помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия с массовой долей 10 % и нагревают на электроплитке до полного растворения образца.

2.3.2. Аммоний молибденовокислый переводят в оксид молибдена прокаливанием при температуре 400—450 °С и далее растворяют по п. 2.3.1.

После охлаждения до комнатной температуры полученный щелочной раствор нейтрализуют азотной кислотой (1:1) по индикатору фенолфталеину и добавляют 10 см<sup>3</sup> кислоты в избыток. Раствор нагревают до кипения.

Если выпадет осадок, его растворяют в растворе гидроксида калия с массовой долей 10 % и затем нейтрализуют по индикатору фенолфталеину раствором азотной кислоты, добавляя 10 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до объема примерно 80 см<sup>3</sup>.

В зависимости от массы навески анализируемого образца добавляют раствор молибдата аммония с массовой долей 10 % в объеме, приведенном в табл. 2.

Таблица 2

Масса навески, г	Объем раствора, см <sup>3</sup>
1,0	—
0,5	4,0
0,3	6,0
0,2	8,0
0,1	9,0

Затем пипеткой в колбу вводят 5 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,1 %, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор оставляют на 45 мин для образования устойчивого комплексного соединения. По истечении указанного времени оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Одновременно проводят три контрольных опыта на определение содержания фосфора в реактивах. В раствор контрольного опыта добавляют раствор молибдата аммония с массовой долей 10 % в объеме 10 см<sup>3</sup>. Раствор со средним значением оптической плотности используют в качестве раствора сравнения.

2.3.3. Навеску металлического молибдена массой 0,5 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси, состоящей из трех объемов соляной кислоты и одного объема азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха на электрической плитке.

Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> воды и вновь выпаривают, после чего добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия с массовой долей 10 % и нагревают на электроплитке до полного растворения осадка.

После охлаждения до комнатной температуры раствор нейтрализуют азотной кислотой (1:1) по индикатору фенолфталеину и добавляют 10 см<sup>3</sup> кислоты в избыток. Доливают водой примерно

до объема 80 см<sup>3</sup> и оставляют на 10 мин. Затем пипеткой в колбу вводят 5 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,1 %.

Далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

2.3.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают от 0,5 до 5,0 см<sup>3</sup> (с интервалом 0,5 см<sup>3</sup>) раствора Б. Вводят по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1), доливают воду примерно до объема 80 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 0,1 %, оставляют на 10 мин для развития окраски образующейся гетерополикислоты. Затем пипеткой добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,1 %, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 45 мин для образования устойчивого окрашенного комплексного соединения. По истечении указанного времени оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта со средним значением оптической плотности из трех параллельных опытов.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям фосфора строят градуировочные графики.

## 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю фосфора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса фосфора в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать величин, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,001 включ.	0,00008
Св. 0,001 » 0,003 »	0,0004
» 0,003 » 0,01 »	0,0008

### 3. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ И КАЛИЯ СУРЬМЯНОВИННОКИСЛОГО (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,0005 ДО 0,015 %)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании фосфорно-молибденовой гетерополиокислоты и восстановлении ее аскорбиновой кислотой в присутствии антимонилтарtrate калия после отделения фосфора на гидроксиде бериллия.

#### 3.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Иономер универсальный типа ЭВ-74.

Трилон Б (комплексон III), динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652, раствор с массовой долей 10 %; готовят при нагревании.

Бериллий сернокислый, раствор концентрацией 1 г Ве/дм<sup>3</sup>. Растворяют 19,65 г сернокислого бериллия в 1 дм<sup>3</sup> воды.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Промывная жидкость: в 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 600 см<sup>3</sup>.

Кислота хлорная, плотность 1,5 г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Реакционная смесь: 1,74 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 21 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают и доливают до 250 см<sup>3</sup> водой.

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

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтарtrate калия по ТУ 6—09—803), раствор концентрацией 3 г/дм<sup>3</sup>.

Аммония бромид по ГОСТ 19275.

Индикаторная бумага «Конго».

А также средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, приведенные в разд. 2.2.

#### 3.3. Подготовка проб к анализу

В зависимости от массовой доли фосфора берут навески в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,0015 включ.	1
Св. 0,001 » 0,003 »	0,5
» 0,002 » 0,007 »	0,2
» 0,005 » 0,015 »	0,1

3.3.1. Растворение образцов проводят по п. 2.3.1.

### 3.4. Проведение анализа

Полученные щелочные растворы нейтрализуют азотной кислотой (1:1) по индикаторной бумаге «Конго».

Приливают 50 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 8 см<sup>3</sup> раствора сернокислого бериллия, разбавляют водой до 100—120 см<sup>3</sup> и кипятят 2—3 мин.

В горячий раствор приливают раствор аммиака до значения рН-9,5—10 и снова кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают в проточной воде и осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности.

Фильтр с осадком промывают 5—6 раз промывной жидкостью. Осадок на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> теплой соляной кислоты (1:1). Фильтрат собирают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>\*, прибавляют 3 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до обильных паров хлорной кислоты.

Затем приливают 25 см<sup>3</sup> и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 2,5 см<sup>3</sup> реакционной смеси, 5 см<sup>3</sup> аскорбиновой кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> раствора антимоилтартрата калия. После приливания каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Затем разбавляют водой до метки и вновь перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 825 нм на фотоэлектроколориметре на красном светофильтре (длина волны 750 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта со средним значением оптической плотности из трех параллельных результатов на содержание фосфора в реактивах.

### 3.5. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают от 1 до 8 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, приливают 3 см<sup>3</sup> хлорной кислоты (1:1). Раствор выпаривают до обильных паров хлорной кислоты. В охлажденный раствор приливают 25 см<sup>3</sup> воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 2,5 см<sup>3</sup> реакционной смеси, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> раствора антимоилтартрата калия. После приливания каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Затем разбавляют водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 825 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны 750 нм).

\* Если содержание мышьяка в пробе превышает в два раза содержание фосфора, то после растворения гидроксида бериллия в солянокислую среду добавляют 0,1 г бромистого аммония и упаривают досуха. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, и 0,1 г бромистого аммония и повторяют выпаривание досуха.

## 3.6. Обработка результатов

3.6.1. Массовую долю фосфора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г.

$m_1$  — масса навески образца, г.

3.6.2. Расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать величин, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0004
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005
» 0,005 » 0,015 »	0,001



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК № 108 «ТВЕДОСПЛАВ»

#### РАЗРАБОТЧИКИ

Ю. А. Абрамов, А. И. Скрипник, С. Н. Суворова, Г. В. Онучина, А. Г. Матюшина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.09.91 № 1526

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14338.3—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2
ГОСТ 3772—74	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 14919—83	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19275—73	3.2
ГОСТ 29103—91	Разд. 1
ТУ 6—09—803—76	3.2

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *Г. А. Терebinкини*  
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб 30 11 91 Подп. в печ 12 03 92 Усл п л 0,75. Усл кр -отт 0 75 Уч -изд л. 0,48.  
Тир 527

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557 Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тиз. «Московский печатник». Москва, Ля инн пер., 6. Зак. 697