

8

Комитет Российской Федерации по металлургии

ОКП 08 6500

Группа В12

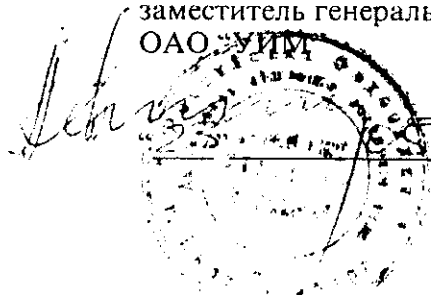


УТВЕРЖДАЮ:

Председатель Технического комитета по стандартизации (ТК 367),  
заместитель генерального директора  
ОАО "УИМ"

А.А.Дерябин,

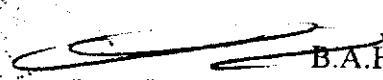
1996 г.



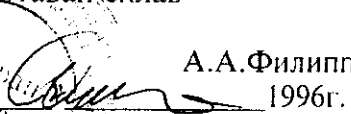
**Лигатуры железомедные гранулированные**  
Технические условия  
ТУ 14-2Р-319-96  
(впервые)

Держатель подлинника - ОАО "УИМ"  
Срок действия: с 01.06.96


СОГЛАСОВАНЫ:  
Технический директор ОАО  
"Челябинский тракторный завод"

  
" " " " " " " "  
В.А.Надеин  
1996г.

РАЗРАБОТАНЫ:  
Генеральный директор АОЗТ  
"Научно-производственная фирма  
"Стан-сплав"

  
А.А.Филиппенков  
1996г.

Заместитель генерального  
директора ЗАО "Научно-произ-  
водственное предприятие ФАН"

  
В.А.Войтенко  
1996 г.

Исполнительный директор  
АООТ "Режиссерский завод"

  
А.А.Сорокин  
1996 г.

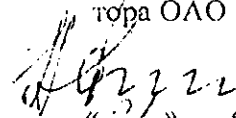
1996 г.

Уральский институт металлов

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

23.05.96 - 2Р/319

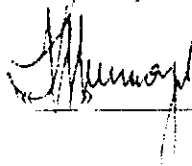
УТВЕРЖДАЮ  
Председатель Национального  
технического комитета по  
стандартизации ТК 367 «Чугун,  
прокат и металлоизделия», за-  
меститель генерального дирек-  
тора ОАО «УИМ»

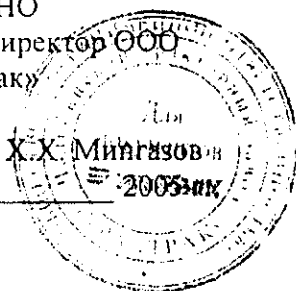
  
А.А. Дерыбин  
«21» 01/05/05 2005 г.

**ЛИГАТУРЫ ЖЕЛЕЗОМЕДНЫЕ ГРАНУЛИРОВАННЫЕ**  
**Технические условия**  
**ТУ-14-2Р-319-96**  
**Изменение № 1**

Держатель подлинника ОАО «Уральский институт металлов» (ОАО «УИМ»)  
Срок введения: с 01.02.2005 г.

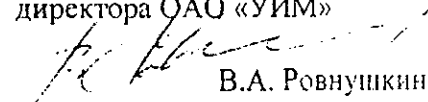
СОГЛАСОВАНО  
Технический директор ООО  
«ЧТБ - Уралтрак»



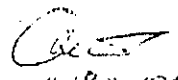


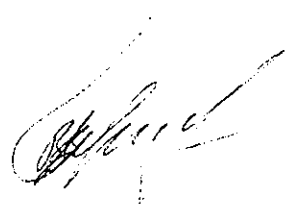
Х.Х. Мингазов  
«2005 г.»

РАЗРАБОТАНО  
Заместитель генерального  
директора ОАО «УИМ»

  
В.А. Ровнушкин  
«17» 01 2005 г.

Генеральный директор ЗАО  
«НПП ФАН»

  
А.А. Филиппенков  
«18» 01 2005 г.



Пункт 1.2 дополнить абзацем:

«Допускается изготовление лигатуры марки ЖМН-40-20 с массовой долей меди от 39,0% до 41,0%, никеля – от 19,0% до 21,0%. Остальные требования по химическому составу лигатуры – в соответствии с нормами, установленными для лигатуры марки ЖМН».

21.01.2005 ТУ-14-2Р-319-1

Экспертиза проведена:  
Директор Центра стандартизации, метрологии и сертификации продукции  
ОАО «УИМ»

  
В.А. Рабовский  
«21» 01 2005 г.

Настоящие технические условия распространяются на гранулированные железомедные лигатуры, получаемые при переработке вторичных черных и цветных металлов и предназначенные для легирования чугуна и стали.

Лигатуры предназначены для использования в Российской Федерации и для поставки на экспорт.

Марка лигатуры включает буквенное обозначение основных компонентов и двузначные числа, обозначающие среднее содержание компонента в процентах (кроме железа). Буква "Ж" в марке обозначает железо, "М" - медь, "Н" - никель и "Х" - хром.

Пример условного обозначения лигатуры с массовой долей меди 25%, никеля - 20%: Лигатура ЖМН-25-20 по ТУ 14-2Р-3/96.

### 1. Технические требования

1.1. Лигатуры должны изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Химический состав лигатуры должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Элементы	Массовая доля элементов в лигатуре марок, %		
	ЖМ	ЖМН	ЖМНХ
Медь	7-30	7-30	7-30
Никель	до 1	7-30	7-30
Хром	до 0,6	до 1	7-30
Железо	остальное		
Примеси:	не более		
углерод	1		
сера	0,15		
фосфор	0,05		
кремний	1,5		
алюминий	0,5		
марганец	0,5		
молибден	0,5		
Всего примесей	3		

#### Примечания:

1. По согласованию сторон изготавливают лигатуры с массовой долей основных компонентов и примесей, отличающейся от установленных норм.
2. По согласованию сторон изготавливают лигатуры с введением дополнительных основных компонентов.
3. Массовая доля примесных элементов, не указанных в таблице, не должна превышать 0,1% каждого.

### 3. Методы контроля

3.1. Химический состав лигатур определяют по ГОСТ 6689.1, ГОСТ 6689.2, ГОСТ 13230.5, ГОСТ 14638.8, ГОСТ 21600.3, ГОСТ 21600.4, ГОСТ 21600.17, ГОСТ 21600.18, ГОСТ 27041 и ГОСТ 27069 или другими методами, обеспечивающими воспроизводимость с точностью не ниже установленной указанными стандартами.

3.2. Качество поверхности гранулированных лигатур оценивается визуально.

### 4. Маркировка, упаковка, транспортировка и хранение

4.1. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение гранулированных лигатур по ГОСТ 26590.

4.2. Транспортирование лигатуры производят любым видом транспорта навалом без упаковки, в том числе в специализированных контейнерах, по правилам перевозки грузов и техническим условиям погрузки и крепления грузов. Лигатуры хранят на открытых площадках, под навесом или в крытых помещениях в штабелях, закромах или бункерах по маркам.

4.3. По требованию потребителя лигатуры упаковывают в мешки, деревянные ящики или стальные барабаны и другую специализированную тару.

Лигатуры, предназначенные для экспорта, упаковывают в соответствии с договором.

4.4. Лигатуры в условиях транспортирования и хранения не токсичны, не горючи и пожаровзрывобезопасны.

### 5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие лигатур требованиям настоящих технических условий при соблюдении установленных правил транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения на открытых площадках - 5 лет, в крытых помещениях - 10 лет.

Экспертиза проведена:

Директор Центра метрологии  
и стандартизации ОАО УИМ



В.А. Рабовский

“ 23 ” 05 1996 г

1.3. Лигатуры изготавливают в гранулах размером 1-30мм. Количество гранул размером менее 1 мм не должно превышать 6 % от массы партии.

1.4. На поверхности гранул не допускаются шлаковые и неметаллические включения.

## 2. Правила приемки

2.1. Предприятие-изготовитель принимает лигатуры поплавно. Для контроля химического состава лигатур отбирают два комплекта по 3 пробных слитка от каждой плавки в начале, в середине и в конце разливки (грануляции).

2.2. Потребитель принимает лигатуры партиями. Партией считают лигатуру одной марки, одной или нескольких плавов, одновременно отгружаемую потребителю и сопровождаемую документом о качестве, содержащем:

- наименование предприятия-изготовителя;
- марку лигатуры;
- средневзвешенный химический состав;
- массу партии;
- номер партии;
- обозначение настоящих технических условий;
- дату отгрузки и штамп ОТК.

2.2.1. При формировании партии из нескольких плавов лигатуры, массовая доля основных компонентов не должна отличаться более, чем на 5% от средневзвешенного их содержания в партии.

2.3. Общие требования к отбору и подготовке проб от партии гранулированной лигатуры - по ГОСТ 17260. Масса и количество точечных проб и подготовка их к испытанию должны соответствовать установленным ГОСТ 24991 для феррохрома.

Допускается отбор и подготовку проб производить по методике, согласованной между изготовителем и потребителем лигатуры.

2.4. Качество поверхности гранулированных лигатур оценивают в каждой партии.

2.5. Размеры гранул гарантируются технологией производства и проверке не подлежат.

2.6. В случае разногласий сторон арбитражное определение химического состава лигатур проводят анализом второго (контрольного) комплекта пробных слитков, срок хранения которого устанавливается 12 месяцев с момента отгрузки лигатуры потребителю.

## Приложение № 1

## Перечень НТД, на которую даны ссылки в технических условиях

Обозначения НТД	Номер пункта ТУ
ГОСТ 6689.1-92	3.1.
ГОСТ 6689.2-92	3.1.
ГОСТ 13230.5-81	3.1.
ГОСТ 14638.8-84	3.1.
ГОСТ 17260-87	2.3.
ГОСТ 21600.3-83	3.1.
ГОСТ 21600.4-83	3.1.
ГОСТ 21600.17-83	3.1.
ГОСТ 21600.18-83	3.1.
ГОСТ 24991-81	2.3.
ГОСТ 26590-85	4.1.
ГОСТ 27041-86	3.1.
ГОСТ 27069-86	3.1.

### 3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.

#### 3.1. Отбор и подготовка пробы.

3.1.1. Пробы берутся из штабеля готовой продукции точечным методом по сетке 2x4 м.

По высоте штабеля точки отбора располагаются через 2 метра. Первая точка отбора у основания штабеля, на высоте 0,3-0,5 м, последующие через 2м вверх по штабелю.

По фронту штабеля точки отбора располагаются через 4 м.

3.1.2. В каждой точке отбора берется шуф (обломок) известняка. Шуф берется методом случайного отбора, т.е. берется первый попавшийся обломок, без выбора.

3.1.3. От каждого шуфа откалывается кусок размером 2-3 см, которые объединяются в одну пробу. Проба измельчается и сокращается до лабораторной навески.

Измельчение производится вручную, молотком на металлической плите до размерности 20 мм. Согласно формулы определяющей зависимость массы представительной пробы от размера частиц:

$$Q=kd^3 \text{ где}$$

Q- масса пробы, кг

k- коэффициент неравномерности (для известняка  $k=0,05-0,1$ )

d- диаметр частиц, мм

масса лабораторной пробы будет равна

$$Q=(0.05-0.1)*2^2=0.2-0.4\text{кг}$$

3.1.4. После измельчения и сокращения, лабораторная проба упаковывается и отправляется в лабораторию на анализ. Дубликат пробы хранится в течении месяца на случай возникновения разногласий с потребителями по качеству известняка.

#### 3.2. ПРОВЕДЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. 3.2.1.

Общие требования к проведению анализа.

3.2.1.1. Определение массовой доли элементов при контрольной проверке проводят в двух параллельных навесках, взвешенных со случайной погрешностью  $\pm 0,002$  г.

3.2.1.2. Значение погрешности среднего результата анализа контролируется не реже одного раза в смену путём проведения одновременно с анализом пробы и в тех же условиях анализа стандартного образца. При этом массовые доли определяемого элемента в стандартном образце и анализируемой пробе не должны отличаться более, чем в два раза. Средний результат анализа стандартного образца не должен отличаться от значения массовой доли элемента в анализируемой пробе и стандартном образце повторяют. Результаты повторного анализа считают окончательными.

3.2.1.3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при условии, что расхождение между результатами параллельных измерений не должно превышать допускаемые при доверительной вероятности 0,95 расхождения, приведенные в таблице 4.

$$X = 100 \times U \times T / M, \%$$

где  $U$  - объём трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>,  $T$  - массовая концентрация трилона Б по окиси кальция, г/см<sup>3</sup>,  $M$  - навеска пробы, содержащаяся в аликвотной части раствора, г.

### 3.2.4. Определение массовой доли окиси магния.

#### 3.2.4.1. Метод измерений.

Метод основан на титриметрическом определении ионов магния после осаждения кальция в виде оксалата.

#### 3.2.4.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы. Весы аналитически с разновесами.

Посуда мерная лабораторная стеклянная: цилиндры, мензурки, колбы

Пипетки по ГОСТ 29169

Бюретки по ГОСТ 29251

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные - по ГОСТ 23932

Аммиак водный по ГОСТ 3760

Аммоний хлористый - по ГОСТ 4461

Кислота соляная по ГОСТ 3118 разбавленная 1:3

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 - раствор с массовой долей 20%

Натрий хлористый - по ГОСТ 4233

Натрий фтористый - по ГОСТ 4463

Индикатор кислотный хром темносиний - по ТУ 6-09-3870-75.

Индикатор эриохром чёрный Т - по ТУ 6-09-1760-72.

Соль двунариевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), молярная концентрация эквивалента трилона Б равна 0,05 моль/дм<sup>3</sup> по ГОСТ 10652.

Цинк гранулированный - по ГОСТ 989

Эриохром Т - по ТУ 6-09-2448-72

#### 3.2.4.3. Алгоритм операций по подготовке растворов к анализу.

Аммиачный буферный раствор pH готовят следующим образом: 67,5 г аммония хлористого растворяют в воде, приливают 570 см<sup>3</sup> раствора аммиака с массовой долей 25% доводят до 1 дм<sup>3</sup> и доводят и перемешивают.

Молярную концентрацию эквивалента трилона Б, равную 0,05 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 0,250 г индикатора растворяют в воде и доводят до 1 дм<sup>3</sup>.

Индикаторы готовят следующим образом: 0,250 г индикатора растирают в ступке с 25 г натрия хлористого.

Коэффициент нормальности молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup> определяют по молярной концентрации эквивалента

сернокислого магния равной точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> следующим образом: к 10 см<sup>3</sup> молярной концентрации эквивалента сернокислого магния, равной точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, около 0,1 г индикатора эриохром черного Т и 70 см<sup>3</sup> воды. Раствор перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю.

Коэффициент нормальности (К) молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:



Массовую долю нерастворимого остатка (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m - M1}{M} \times 100\%$$

где m- найденная масса нерастворимого остатка, г;  
M1- масса осадка контрольного опыта, г;  
M- навеска пробы, г.

### 3.2.3. Определение массовой доли окиси кальция.

#### 3.2.3.1. Метод измерений.

Метод основан на определении окиси кальция комплекснометрическим титрованием с индикатором кислотным хром темносиним при pH 12. Влияние трехвалентных железа и алюминия устраняют маскирующей смесью, связывая их во вторичный комплекс. Допускается использовать индикатор флуорексон.

#### 3.2.3.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы.

Весы аналитические с разновесами.

Посуда мерная лабораторная стеклянная: цилиндры, мензурки, колбы

Пипетки по ГОСТ 29169

Бюретки по ГОСТ 29251

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные - по ГОСТ 23932

Аммиак водный по ГОСТ 3760

Аммоний хлористый - по ГОСТ 4461

Кислота соляная по ГОСТ 3118 разбавленная 1:3

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 - раствор с массовой долей 20%

Натрий хлористый - по ГОСТ 4233

Натрий фтористый - по ГОСТ 4463

Индикатор кислотный хром темносиний - по ТУ 6-09-3870-75.

Индикатор эриохром чёрный Т - по ТУ 6-09-1760-72.

Соль двунариевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), молярная концентрация эквивалента трилона Б равна 0,05 моль/дм по

ГОСТ 10652.

Цинк гранулированный - по ГОСТ 989

Триэтанолами - по ТУ 6-09-2448-72

Бумага конго.

Допускается применение импортных реактивов.

3.2.3.3. Алгоритм операций по подготовке растворов к анализу. Молярную концентрацию эквивалента соли цинка, равную точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 1,6345 г цинка металлического взвешивают со случайной погрешностью ±0,0002 г помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрыв чашку стеклом. Затем тщательно смывают

стекло водой, собирая ее в ту же чашку и упаривают раствор до 3-4 см.

Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой. Раствор годен в течение месяца.

Молярную концентрацию эквивалента трилона Б, равную 0,05 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят

Таблица 4.

№	Наименование элемента	Массовая доля элементов, %	Допускаемые расхождения, %
1.	окись кальция	от 30,0 до 50,0	0,6
		св 50,0 и 60,0	0,7
2.	окись магния	от 1,00 до 2,00	0,10
		св 2,00 «» 5,00	0,15
		«5,00 «» 10,00	0,20
		«10,00 «» 20,00	0,3
3.	фосфор	от 0,005 до 0,010	0,003
		св 0,010 «» 0,020	0,005
		« 0,020 «» 0,050	0,010
		« 0,050 «» 0,080	0,015
4.	сера	от 0,010 до 0,030	0,004
		св 0,030 «» 0,050	0,006
		« 0,050 «» 0,10	0,01
5.	Нерастворимый остаток	от 0,20 до 0,50	0,08
		св 0,50 «» 1,00	0,10
		« 1,00 «» 2,00	0,15
		« 2,00 «» 4,00	0,20
6.	Оксид кремния	ГОСТ 2642,3	

### 3.2.2. Определение массовой доли нерастворимого остатка.

#### 3.2.2.1. Метод измерений.

Метод основан на определении нерастворимого остатка гравиметрическим методом после растворения пробы в соляной кислоте. Нерастворимый остаток отфильтровывают, прокаливают и взвешивают.

3.2.2.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы. Весы аналитические с разновесами. Стаканы и колбы стеклянные лабораторные - по ГОСТ 23392. Соляная кислота ГОСТ 3118 разбавленная 1:1.

#### 3.2.2.3. Алгоритм выполнения измерений.

Навеску воздушно-сухой пробы весом 1г помещают в коническую колбу ёмкостью 100 мл, предварительно смоченную водой. Поливают осторожно 15 см раствором соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течении 3 минут.

Осадок определяют фильтрованием через беззольный фильтр «белая лента», промывают стенки колбы два раза горячим раствором разбавленной соляной кислоты (5:95) протирают кусочком фильтра и отмывают осадок пять раз горячей водой.

Фильтр с нерастворимым остатком помещают во взвешенный фармовый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 900° С в течении 20 мин. Остывший осадок взвешивают.

#### 3.2.2.4. Обработка результатов анализа.

объем водой до 1 дм<sup>3</sup>. Раствор сохраняют в полиэтиленовых или стеклянных парафинированных изнутри, сосудах.

Буферный раствор pH 9,5-10 готовят следующим образом: 54 г аммония хлористого растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора аммиака с массовой долей 25% и доводят водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Маскирующую смесь готовят следующим образом: 15 г фтористого натрия растворяют при нагревании в 1 дм<sup>3</sup> воды и добавляют 20 см<sup>3</sup> триэтанолamina.

Индикаторы готовят следующим образом: 0,250 г индикатора растирают в ступке с 25 г натрия хлористого.

Коэффициент нормальности молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup> определяют по раствору соли цинка, равной точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup> прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора: около 0,1 индикатора оксиохрома черного Т и 70 см<sup>3</sup> воды. Раствор перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю.

Коэффициент нормальности молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$K = 25/Y$$

где Y - объем молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию трилона Б (Т) по окиси кальция в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$T = 28,04N / 1000$$

где N - точно определенная нормальность раствора трилона Б, равная  $K \times 0,05$ ; 28,04 - грамм-эквивалент окиси кальция, г.

Кроме указанного способа допускается установка массовой концентрации трилона Б по стандартному образцу.

#### 3.2.3.4. Алгоритм выполнения измерений.

Навеску воздушно-сухой пробы 0,5 г растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:3 в конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> при нагревании и кипятят в течении 3 мин. Раствор переводят в мерную колбу ёмкостью 250 см<sup>3</sup> добавляют объём водой до метки, тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли окиси кальция отбирают 50 см<sup>3</sup> приготовленного раствора в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют

водой до 200 см<sup>3</sup> вводя 5 см<sup>3</sup> маскирующей смеси, добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют раствором гидрата окиси калия с массовой долей 20% по индикаторной бумаге конно, дают на избыток ещё 10 см<sup>3</sup> щелочи (pH 12-13); 0,10-0,15г индикатора кислотного хром темно-синего и продолжают титровать раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в фиолетовую. Титрование допускается производить не только визуальное, но и разного рода титрометрами в соответствующей посуде.

#### 3.2.3.5. Обработка результатов.

Массовую долю окиси кальция (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$K = 10/y,$$

где У - объём молярной концентрации эквивалента трилона Б, равной 0,05 моль/дм<sup>3</sup> израсходованный на титрование, см.

Массовую концентрацию трилона Б (Т) по окиси магния в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$T = \frac{20,16N}{1000}, \text{г/см}^3$$

где N- точноопределённая нормальность раствора трилона Б, равная Kx0,05; 20,16 - грамм-эквивалент окиси магния.

#### 3.2.4.4. Алгоритм выполнения измерений.

Навеску воздушно-сухой пробы 0,5 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты разбавленной 1:1 в конической колбе вместимостью 250см<sup>3</sup> при нагревании и кипятят в течении 3 мин. К раствору приливают 50см<sup>3</sup> горячей воды, 20см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого аммония с массовой долей 4%, дают закипеть, вводят 1-2 капли индикатора метилоранжа и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 0,5. Осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента» диаметром 11 см, стенки колбы и фильтр с осадком промывают холодной водой. Осаждение оксалатом аммония проводят дважды. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> доводят до метки водой и тщательно перемешивают. В коническую колбу ёмкостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 50см<sup>3</sup> фильтрата, приливают 50см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, 0,1-0,2 г индикаторной смеси кислотного хрома темно-синего и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в фиолетовую.

3.2.4.5. Обработка результатов Массовую долю окиси магния (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{100 \times U \times T}{M} \%$$

где У- объём трилона Б, израсходованной на титрование, см<sup>3</sup>;  
Т- массовая концентрация трилона Б по окиси магния, г/см<sup>3</sup>;  
М- навеска пробы, содержащаяся в аликвотной части раствора, г.

#### 3.2.5. Определение массовой доли фосфора.

##### 3.2.5.1. Метод измерения.

Метод основан на образовании фосфорного комплексного соединения в присутствии азотной кислоты и фотометрирования окрашенного раствора.

##### 3.2.5.2. Средства измерений вспомогательные устройства, реактивы.

Весы аналитические с разновесами.

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные ГОСТ 23932. Посуда мерная лабораторная стеклянная: цилиндры, мензурки, колбы ГОСТ

1770;

Пипетки, бюретки по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 разбавленная 1:3. Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198. Аммоний ванадиевоокислый по ГОСТ 3765. Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 9336.

### 3.2.5.3. Алгоритм операций по подготовке растворов к анализу.

Раствор ванадиевомолибденовокислого аммония готовят следующим образом: 10 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> горячей воды, затем приливают 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и фильтруют в случае образования осадка отдельно растворяют 0,3 г молибденовокислого аммония в 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты разбавленной 1:3. Приготовленный раствор молибденовокислого аммония вливают при перемешивании в раствор ванадиевокислого аммония, затем приливают 16 см<sup>3</sup> азотной кислоты и перемешивают. Раствор хранят в закрытой склянке в темном месте.

Стандартный раствор фосфора готовят следующим образом: 0,1917 г дважды перекристаллизованного однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в небольшом количестве воды в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора соответствует 0,1 мг пятиоксида фосфора.

Раствор контрольного опыта готовят следующим образом: в мерную колбу ёмкостью 100 см<sup>3</sup> помещают 15 см<sup>3</sup> нагретой до 60-80° С азотной кислоты, затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора ванадиево-молибденово-кислого аммония, доливают до метки водой и перемешивают.

### 3.2.5.4. Алгоритм выполнения измерений.

Навеску воздушно-сухой пробы 10 г смачивают водой и помещают в стакан ёмкостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> царской водки и выпаривают досуха. Остаток смачивают 3 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до консистенции сиропа, при которой жидкость бывает покрыта пленкой. Объем раствора должен быть не более 1-1,5 см<sup>3</sup>. Если в конце выпаривания продолжают выделяться бурые окислы азота, что указывает на присутствие органических соединений, то повторно приливают 15 см<sup>3</sup> нагретого до 60-80° С раствора азотной кислоты (разбавленной 1:3), нагревают в течении нескольких минут, фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу ёмкостью 100 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 2-3 раза холодной водой. К раствору в колбе добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора ванадиевомолибденовокислого аммония, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроплотриметре при длине волны 430 нм, пользуясь соответствующими кюветами, в качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Для построения графика в пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 0,1, 2, 3, 4, 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора. В каждую колбу добавляют по 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и по 8 см<sup>3</sup> ванадиевомолибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают через 3-4 мин. измеряют оптическую плотность раствора. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, приготовленный одновременно с анализируемым раствором.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массовую долю пятиоксида фосфора по градулировочному графику.  
Допускается находить массу фосфора методом сравнения со стандартным образцом.