ГОСТ 11930.8—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.18.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения фосфора

Hard-facing materials.
Method of phosphorus determination

ГОСТ 11930.8—79

Взамен
ГОСТ 11930—66
в части разд. 6

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,02 до 0,3 %) в наплавочных материалах.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения фосфорномолибденовой гетерополикислоты с ксиленоловым оранжевым.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметры марок ФЭК-56, ФЭК-М или любого другого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Калия гидроокись или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 10 %.

Аммонии фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74.

Стандартные растворы:

раствор А готовят растворением в воде 0,426 г реактива в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ и разбавляют до метки дистиллированной водой.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0002 г фосфора;

раствор Б готовят следующим образом: 1 $см^3$ раствора А разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,000002 г фосфора.

Ксиленоловый оранжевый водный раствор с массовой долей 0,1 %. Готовят за день до работы.

Реактив предварительно проверяют на пригодность к реакции образования комплекса с фосфорномолибденовой гетерополикислотой: в 10 $см^3$ ацетона добавляют 0,1 $см^3$ (3—4 капли) 0,1%-ного ксиленолового оранжевого. Если раствор остается бесцветным или имеется слаборозовое окрашивание, реактив пригоден для анализа, если же окраска фиолетовая, реактив комплекса с фосфорномолибденовой гетерополикислотой не образует.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Фосфор определяют в фильтрате, полученном после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают 10—25 см³ анализируемого раствора в стакан вместимостью 100 см³. Раствор в стакане нейтрализуют по конго раствором щелочи и приливают 20 см³ в избыток. Стакан с осадком нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухой стакан.

В зависимости от содержания фосфора отбирают 5—20 см³ отфильтрованного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют по конго азотной кислотой, разбавленной 1:1, добавляют 10 см³ азотной кислоты в избыток и разбавляют водой до 80 см³. Далее добавляют 10 см³ раствора с массовой долей 10 % молибдата аммония и оставляют на 10 мин для образования фосфорномолибденовой гетерополикислоты. Затем в колбу вводят 5 см³ раствора с массовой долей 0,1 % ксиленолового оранжевого, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор оставляют на 45 мин для образования устойчивого комплексного соединения. Через 45 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 540$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Одновременно проводят три контрольных опыта на определение содержания фосфора в реактивах. Раствор со средним значением содержания фосфора в реактивах используют в качестве раствора сравнения.

3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика берут от 0,5 до 3 см³ типового раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония (раствор Б) с интервалом 0,5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и разбавляют раствор в колбе примерно до 80 см³ водой. Затем добавляют 10 см³ раствора с массовой долей 10 % молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин для развития окраски гетерополикислоты. Далее добавляют 5 см³ раствора с массовой долей 0,1 % ксиленолового оранжевого, разбавляют до метки дистиллированной водой, хорошо перемешивают и оставляют на 45 мин для образования устойчивого окрашенного соединения. По истечении указанного времени измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 540$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта (средний из трех параллельных на содержание фосфора в реактивах).

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{200 \cdot 100 \cdot m \quad 100}{V V_1 m_1},$$

где m — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

V — аликвотная часть анализируемого кислого раствора, мл;

m_1 — масса навески, г;

V_1 — аликвотная часть анализируемого щелочного раствора, см³.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,020 до 0,050 включ.	0,005	0,010
Св. 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020
» 0,100 » 0,300 »	0,025	0,030

gost.e-ecolog.ru

(Измененная редакция, Изм. № 2).